

10/506438 506,438

Rec'd PCT/PTO 02 SEP 2004

(12)特許協力条約に基づいて公開された国際出願

(19) 世界知的所有権機関
国際事務局(43) 国際公開日
2003 年 9 月 12 日 (12.09.2003)

PCT

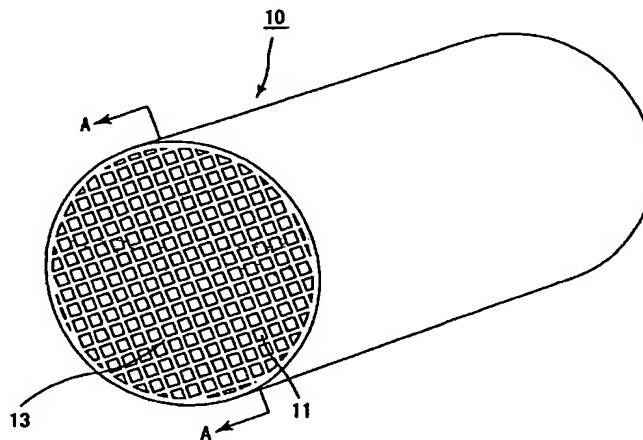
(10) 国際公開番号
WO 03/074848 A1

- (51) 国際特許分類⁷: F01N 3/02 (72) 発明者; および
(75) 発明者/出願人 (米国についてのみ): 田岡 紀之
(21) 国際出願番号: PCT/JP03/02519 (TAOKA, Noriyuki) [JP/JP]; 〒501-0695 岐阜県 揖斐
郡 揖斐川町北方 1-1 イビデン株式会社大垣北工
(22) 国際出願日: 2003 年 3 月 4 日 (04.03.2003) 場内 Gifu (JP). 押見 幸雄 (OSHIMI, Yukio) [JP/JP]; 〒
501-0695 岐阜県 揖斐郡 揖斐川町北方 1-1 イビデ
(25) 国際出願の言語: 日本語 ン株式会社大垣北工場内 Gifu (JP).
(26) 国際公開の言語: 日本語 (74) 代理人: 安富 康男 (YASUTOMI, Yasuo); 〒532-0011 大
阪府 大阪市 淀川区西中島 5 丁目 4 番 2 0 号 中央ビ
(30) 優先権データ: 特願2002-57887 2002 年 3 月 4 日 (04.03.2002) JP ル Osaka (JP).
(71) 出願人 (米国を除く全ての指定国について): イビデ (81) 指定国 (国内): CN, JP, KR, US.
ン株式会社 (IBIDEN CO., LTD.) [JP/JP]; 〒503-8004
岐阜県 大垣市 神田町 2 丁目 1 番地 Gifu (JP).

[続葉有]

(54) Title: HONEYCOMB FILTER FOR EXHAUST GAS DECONTAMINATION AND EXHAUST GAS DECONTAMINATION APPARATUS

(54) 発明の名称: 排気ガス浄化用ハニカムフィルタ及び排気ガス浄化装置



(57) Abstract: A honeycomb filter for exhaust gas decontamination wherein, in the regeneration thereof, particulates having piled on wall portions can be removed by combustion substantially completely and wherein ash remaining on the wall portions after the regeneration is easily detached so as to enable easily transporting of the ash in through-holes. In particular, a honeycomb filter for exhaust gas decontamination, comprising a columnar body of porous ceramic wherein a multiplicity of through-holes, with wall portions interposed therebetween, are arranged in parallel in the longitudinal direction of columnar body, the wall portions between the through-holes partially or wholly functioning as a filter for particle collection, characterized in that the length (l, mm) of longest side of sections of through-holes made perpendicularly to the longitudinal direction and the length (L, mm) of columnar body measured in the longitudinal direction satisfy the relationship $60 \leq L/l \leq 500$, and the surface roughness (Ra) of inside wall portions of through-holes measured in accordance with JIS B 0601 satisfies the relationship $Ra \leq 100 \mu m$.

(57) 要約: 本発明の目的は、ハニカムフィルタの再生処理において、壁部に堆積したパーティキュレートを一完全に燃焼除去することができ、また、再生処理後に壁部に残留したアッシュが剥がれやすいため、当該アッシュを貫通孔内で容易に移動させることができる排気ガス浄化用ハニカムフィルタを提供することである。 本発明

[続葉有]

WO 03/074848 A1



(84) 指定国 (広域): ヨーロッパ特許 (AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HU, IE, IT, LU, MC, NL, PT, SE, SI, SK, TR).

2文字コード及び他の略語については、定期発行される各PCTガゼットの巻頭に掲載されている「コードと略語のガイダンスノート」を参照。

添付公開書類:

— 国際調査報告書

は、多数の貫通孔が壁部を隔てて長手方向に並設された、多孔質セラミックからなる柱状体の前記貫通孔を隔てる壁部の一部又は全部が粒子捕集用フィルタとして機能するように構成された排気ガス浄化用ハニカムフィルタであって、前記貫通孔の前記長手方向に垂直な断面の最長辺の長さ l (mm) と、前記柱状体の長手方向の長さ L (mm) とが、 $60 \leq L/l \leq 500$ であり、かつ、前記貫通孔の内壁の JIS B 0601 による面粗度 R_a が、 $R_a \leq 100 \mu m$ であることを特徴とする排気ガス浄化用ハニカムフィルタである。

明細書

排気ガス浄化用ハニカムフィルタ及び排気ガス浄化装置

関連出願の記載

- 5 本出願は、2002年3月4日に出願された日本国特許出願2002-57887号を基礎出願として優先権主張する出願である。

技術分野

- 10 本発明は、ディーゼルエンジン等の内燃機関から排出される排気ガス中のパティキュレート等を除去するフィルタとして用いられる排気ガス浄化用ハニカムフィルタ、及び、該排気ガス浄化用ハニカムフィルタを用いた排気ガス浄化装置に関する。

背景技術

- 15 バス、トラック等の車両や建設機械等の内燃機関から排出される排気ガス中に含有されるPM（粒子状物質、以下、パティキュレートという）が環境や人体に害を及ぼすことが最近問題となっている。

- 20 この排気ガスを多孔質セラミックを通過させ、排気ガス中のパティキュレートを捕集して、排気ガスを浄化することができるセラミックフィルタが種々提案されている。

- このようなセラミックフィルタとして、従来、一方向に多数の貫通孔が並設され、該貫通孔同士を隔てる隔壁がフィルタとして機能するようになっているハニカムフィルタが提案されている。即ち、このようなハニカムフィルタに形成された貫通孔は、排気ガスの入り口側又は出口側の端部のいずれかが充填材により目封じされ、一の貫通孔に流入した排気ガスは、必ず貫通孔を隔てる隔壁を通過した後、他の貫通孔から流出するようになっている。
- 25

排気ガス浄化装置では、このような構成のハニカムフィルタが内燃機関の排気通路に設置され、内燃機関から排出された排気ガス中のパティキュレートは、こ

のハニカムフィルタを通過する際に隔壁により捕捉され、排気ガスが浄化される。

このような排気ガスの浄化作用に伴い、ハニカムフィルタの貫通孔を隔てる隔壁には、次第にパティキュレートが堆積し、目詰まりを起こして通気を妨げるようになる。このため、上記ハニカムフィルタでは、定期的にヒータ等の加熱手段を用いて加熱したガスを貫通孔内に流通させ、目詰まりの原因となっているパティキュレートを燃焼除去して再生する再生処理を施す必要がある。

しかし、従来のハニカムフィルタの再生処理では、隔壁に堆積したパティキュレートを完全に燃焼除去することは難しく、また、このようなハニカムフィルタの再生処理を行うと、上記隔壁にはパティキュレートの金属成分として灰分（アッシュ）が残留する。通常、このアッシュは上記隔壁の略全面に均一な状態で残留しているのであるが、従来のハニカムフィルタでは、上記アッシュは隔壁から剥がれにくく、ハニカムフィルタの再生処理において、貫通孔に流入してくるガスにより、上記アッシュを貫通孔内で殆ど移動させることができなかった（図9参照）。

なお、図9（a）は、このようなハニカムフィルタの長手方向に平行な断面を示した断面写真であり、（b）は、（a）に示したハニカムフィルタの断面の排気ガス流入側付近、中央部付近、及び、排気ガス流出側付近を拡大した部分拡大断面写真であり、（c）は、上記ハニカムフィルタの排気ガス流入側付近、中央部付近、及び、排気ガス流出側付近の、長手方向に垂直な断面の様子を示した部分拡大断面写真であるが、上記ハニカムフィルタでは、隔壁の略全面に白くアッシュが残留していることが確認できる。

そのため、従来のハニカムフィルタを用いた排気ガス浄化装置を用いてパティキュレートの捕集を行うと、ハニカムフィルタの再生処理における再生効率が低いため、すぐに圧損が高くなり、頻繁にハニカムフィルタの再生処理を行う必要があった。

また、上記パティキュレートの捕集と再生処理とを繰り返し行くと、ハニカムフィルタの隔壁の略全面に均一な状態で残留するアッシュの量がすぐに増加して当該アッシュによる隔壁の目詰まりが発生してしまう。すると、当該アッシュに

起因したハニカムフィルタの再生処理後における初期の圧損が高くなってしまうため、上記アッシュを除去するための洗浄処理を頻繁に行う必要があった。

上記アッシュを除去するための洗浄処理は、通常、内燃機関の排気通路に設置した排気ガス浄化装置から上記ハニカムフィルタを取り外し、水洗や化学的処理等により行う必要があったため、従来の排気ガス浄化装置は、長期間にわたって連続して使用することができないものであった。

発明の要約

本発明は、上述した課題を解決するためになされたものであり、ハニカムフィルタの再生処理において、壁部に堆積したパーティキュレートを略完全に燃焼除去することができ、また、再生処理後に壁部に残留したアッシュが剥がれやすいため、当該アッシュを貫通孔内で容易に移動させることができる排気ガス浄化用ハニカムフィルタ、及び、ハニカムフィルタの再生処理を繰り返し行っても、ハニカムフィルタの初期の圧損が高くなりやすく、長期間にわたって連続して使用することができる排気ガス浄化装置を提供することを目的とするものである。

第一の本発明の排気ガス浄化用ハニカムフィルタは、多数の貫通孔が壁部を隔てて長手方向に並設された、多孔質セラミックからなる柱状体の上記貫通孔を隔てる壁部の一部又は全部が粒子捕集用フィルタとして機能するように構成された排気ガス浄化用ハニカムフィルタであって、

上記貫通孔の上記長手方向に垂直な断面の最長辺の長さ l (mm) と、上記柱状体の長手方向の長さ L (mm) とが、 $60 \leq L/l \leq 500$ であり、かつ、

上記貫通孔の内壁の J I S B 0601 による面粗度 R_a が、 $R_a \leq 100 \mu m$ であることを特徴とするものである。

第二の本発明の排気ガス浄化用ハニカムフィルタは、多数の貫通孔が壁部を隔てて長手方向に並設された、多孔質セラミックからなる柱状体の上記貫通孔を隔てる壁部の一部又は全部が粒子捕集用フィルタとして機能するように構成された排気ガス浄化用ハニカムフィルタであって、

上記貫通孔の上記長手方向に垂直な断面の面積 S (mm²) と、上記柱状体の

長手方向の長さ L (mm) とが、 $20 \leq L/S \leq 400$ であり、かつ、

上記貫通孔の内壁の J I S B 0601 による面粗度 R_a が、 $R_a \leq 100 \mu m$ であることを特徴とするものである。

また、本発明の排気ガス浄化装置は、内燃機関の排気通路に接続するケーシング内に加熱手段とともに本発明の排気ガス浄化用ハニカムフィルタが設置された
5 排気ガス浄化装置であって、

上記排気ガス浄化用ハニカムフィルタの再生処理を行う際に、上記加熱手段により加熱されたガスを、流入速度 $0.3 m/sec$ 以上、酸素濃度 6% 以上の条件で上記排気ガス浄化用ハニカムフィルタに流入させることを特徴とするもので
10 ある。

図面の簡単な説明

図 1 (a) は、本発明の排気ガス浄化用ハニカムフィルタの一例を模式的に示した斜視図であり、図 1 (b) は、その A-A 線断面図である。

15 図 2 は、本発明のハニカムフィルタの別の一例を模式的に示した斜視図である。

図 3 (a) は、図 2 に示した本発明のハニカムフィルタに用いる多孔質セラミック部材を模式的に示した斜視図であり、図 3 (b) は、その B-B 線縦断面図である。

20 図 4 は、本発明の排気ガス浄化装置の一例を模式的に示した断面図である。

図 5 は、本発明の排気ガス浄化装置において使用する保持シール材の一例を模式的に示した平面図である。

図 6 (a) は、本発明の排気ガス浄化装置において使用するケーシングの一例を模式的に示した斜視図であり、図 6 (b) は、別のケーシングの一例を模式的に示した斜視図である。
25

図 7 は、図 3 に示したハニカムフィルタを製造する様子を模式的に示した断面図である。

図 8 (a) は、実施例 1 に係るハニカムフィルタを多孔質セラミック部材の

長手方向に平行な方向に切断した断面写真であり、図 8 (b) は、実施例 1 に係るハニカムフィルタの排気ガス流入側、中央部、及び、排気ガス流出側を、多孔質セラミック部材の長手方向に垂直な方向に切断した断面写真である。

図 9 (a) は、比較例 1 に係るハニカムフィルタを多孔質セラミック部材の長手方向に平行な方向に切断した断面写真であり、図 9 (b) は、図 9 (a) に示した断面写真の排気ガス流入側、中央部、及び、排気ガス流出側の部分拡大写真であり、図 9 (c) は、比較例 1 に係るハニカムフィルタの排気ガス流入側、中央部、及び、排気ガス流出側を、多孔質セラミック部材の長手方向に垂直な方向に切断した断面写真である。

図 10 は、実施例 17 及び比較例 12 に係るハニカムフィルタの再生回数と、初期の圧力損失との関係を示したグラフである。

符号の説明

- 10、20 排気ガス浄化用ハニカムフィルタ
- 11、31 貫通孔
- 12、32 充填材
- 13 壁部
- 24 接着剤層
- 25 セラミックブロック
- 26 シール材層
- 30 多孔質セラミック部材
- 33 隔壁

発明の詳細な開示

以下、第一及び第二の本発明の排気ガス浄化用ハニカムフィルタ、及び、本発明の排気ガス浄化装置について図面を用いて説明する。

まず、第一及び第二の本発明の排気ガス浄化用ハニカムフィルタについて説明する。

第一の本発明の排気ガス浄化用ハニカムフィルタは、多数の貫通孔が壁部を隔てて長手方向に並設された、多孔質セラミックからなる柱状体の上記貫通孔を隔てる壁部の一部又は全部が粒子捕集用フィルタとして機能するように構成された排気ガス浄化用ハニカムフィルタであって、

- 5 上記貫通孔の上記長手方向に垂直な断面の最長辺の長さ l (mm) と、上記柱状体の長手方向の長さ L (mm) とが、 $60 \leq L/l \leq 500$ であり、かつ、

 上記貫通孔の内壁の J I S B 0 6 0 1 による面粗度 R_a が、 $R_a \leq 100 \mu m$ であることを特徴とするものである。

- 10 第二の本発明の排気ガス浄化用ハニカムフィルタは、多数の貫通孔が壁部を隔てて長手方向に並設された、多孔質セラミックからなる柱状体の上記貫通孔を隔てる壁部の一部又は全部が粒子捕集用フィルタとして機能するように構成された排気ガス浄化用ハニカムフィルタであって、

 上記貫通孔の上記長手方向に垂直な断面の面積 S (mm²) と、上記柱状体の長手方向の長さ L (mm) とが、 $20 \leq L/S \leq 400$ であり、かつ、

- 15 上記貫通孔の内壁の J I S B 0 6 0 1 による面粗度 R_a が、 $R_a \leq 100 \mu m$ であることを特徴とするものである。

- 即ち、第二の本発明の排気ガス浄化用ハニカムフィルタは、関係式 $60 \leq L/l \leq 500$ を満たす代りに、関係式 $20 \leq L/S \leq 400$ を満たすこと以外は、第一の本発明の排気ガス浄化用ハニカムフィルタと同様であり、貫通孔の長手方向に垂直な断面の形状によっては、第一の本発明の排気ガス浄化用ハニカムフィルタと第二の本発明の排気ガス浄化用ハニカムフィルタとは同一のものとなる。
- 20

- 従って、以下の説明では、第一の本発明の排気ガス浄化用ハニカムフィルタと第二の本発明の排気ガス浄化用ハニカムフィルタとを併せて、本発明の排気ガス浄化用ハニカムフィルタとして同時に説明するとともに、異なる部分については、
- 25 それぞれ説明を行う。

 図 1 (a) は、本発明の排気ガス浄化用ハニカムフィルタ (以下、単に本発明のハニカムフィルタともいう) の一例を模式的に示した斜視図であり、(b) は、(a) に示したハニカムフィルタの A-A 線断面図である。

図1 (a) に示したように、本発明のハニカムフィルタ10は、多数の貫通孔11が壁部13を隔てて長手方向に並設された多孔質セラミックからなる柱状体であり、壁部13の全部が粒子捕集用フィルタとして機能するように構成されている。

- 5 即ち、ハニカムフィルタ10に形成された貫通孔11は、図1 (b) に示したように、排気ガスの入り口側又は出口側のいずれかが充填材12により目封じされ、一の貫通孔11に流入した排気ガスは、必ず貫通孔11を隔てる壁部13を通過した後、他の貫通孔11から流出されるようになっている。

- 10 そして、本発明のハニカムフィルタ10に流入された排気ガス中に含まれるパーティキュレートは、壁部13を通過する際、壁部13で捕捉され、排気ガスが浄化されるようになっている。

- 本発明のハニカムフィルタ10は、貫通孔11の長手方向に垂直な断面の最長辺の長さ(内径)1 (mm) と、ハニカムフィルタ10 (柱状体) の長手方向の長さL (mm) とが、 $60 \leq L/1 \leq 500$ の関係を有するもの、又は、貫通孔11の長手方向に垂直な断面の面積S (mm²) と、ハニカムフィルタ10 (柱状体) の長手方向の長さL (mm) とが、 $20 \leq L/S \leq 400$ の関係を有するものである。

- 20 なお、本発明のハニカムフィルタ10は、全ての貫通孔11が $60 \leq L/1 \leq 500$ の関係式、又は、 $20 \leq L/S \leq 400$ の関係式を満たすものであることが好ましいが、貫通孔毎に上記L/1又は上記L/Sの値が異なる場合には、その平均値が $60 \leq L/1 \leq 500$ の関係式、又は、 $20 \leq L/S \leq 400$ の関係式を満たすものであってもよい。

特に、排気ガス流入側がこの関係を満たしていることが望ましい。

- 25 上記L/1又はL/Sをこのような範囲にすることで、ハニカムフィルタ10の再生処理において、図示しない加熱手段により高温に加熱されたガスを、貫通孔11の内部に層流の状態で排気ガス流出側の端部にまで流通させることができるため、壁部13に堆積したパーティキュレートを排気ガス流入側から逐次的に燃焼させることができ、該パーティキュレートを略完全に燃焼除去することができる。

と推定される。

- 上記 $L/1$ が 60 未満であると、又は、上記 L/S が 20 未満であると、貫通孔 11 の長手方向に垂直な断面の最長辺の長さ (1) が長くなりすぎるか、貫通孔 11 の長手方向に垂直な断面の面積 (S) が大きくなりすぎるか、又は、ハニカムフィルタ 10 の長手方向の長さ (L) が短くなりすぎることになる。貫通孔 11 の長手方向に垂直な断面の最長辺の長さ (1) が長くなりすぎる場合、又は、貫通孔 11 の長手方向に垂直な断面の面積 (S) が大きくなりすぎる場合、ハニカムフィルタ 10 における貫通孔 11 が大きなものとなり、ハニカムフィルタ 10 の再生処理において、貫通孔 11 の内部を流通するガスを層流状とすることができない。その結果、ハニカムフィルタ 10 の再生処理において、壁部 13 に堆積したパーティキュレートが排気ガス流入側端部から逐次的に燃焼させることができないため、アッシュが途中に残ってしまったり、パーティキュレートを完全に除去することができず、ハニカムフィルタの再生効率に劣り、頻繁にハニカムフィルタ 10 の再生処理を行う必要がある。また、ハニカムフィルタ 10 の長手方向の長さ (L) が短くなりすぎる場合、ハニカムフィルタ 10 の他端の封止部に、ガスが簡単にぶつかるために貫通孔内で渦巻くような流れが生じることになる。このため、ハニカムフィルタ 10 の流入部から燃焼が開始せず、内部のあらゆる部分からほぼ同時に燃焼が開始するので、アッシュが貫通孔内全体に均一に蓄積されて、排気ガス流出側に移動することができないと考えられる。勿論、当然に壁部 13 の長手方向の長さが短くなる (即ち、濾過面積が小さくなる) ため、すぐにパーティキュレートによる目詰まりが発生し、やはり頻繁にハニカムフィルタ 10 の再生処理を行う必要が生じ、このため燃費が悪くなる。

- 一方、上記 $L/1$ が 500 を超えると、又は、上記 L/S が 400 を超えると、貫通孔 11 の長手方向に垂直な断面の最長辺の長さ (1) が短くなりすぎるか、貫通孔 11 の長手方向に垂直な断面の面積 (S) が小さくなりすぎるか、又は、ハニカムフィルタ 10 の長手方向の長さ (L) が長くなりすぎる。貫通孔 11 の長手方向に垂直な断面の最長辺の長さ (1) が短くなりすぎる場合、又は、貫通孔 11 の長手方向に垂直な断面の面積 (S) が小さくなりすぎる場合、排気ガス

が貫通孔 11 の内部を流通しにくく、パティキュレートが均一に捕集されず、ハニカムフィルタ 10 の排気ガス流入側部分にパティキュレートが堆積して、ブリッジを引き起してしまう。すると、ハニカムフィルタ 10 の再生処理時において、パティキュレートの燃焼が排気ガス流入側でのみ発生し、アッシュが排気ガス流出側に移動することができず、また、ハニカムフィルタ 10 に熱応力に起因するクラックが発生してしまうと推定される。

また、ハニカムフィルタ 10 の長手方向の長さ (L) が長くなりすぎる場合、ハニカムフィルタ 10 の再生処理において、排気ガスが貫通孔 11 の内部を流通しにくく、パティキュレートが均一に捕集されず、ハニカムフィルタ 10 の排気ガス流入側部分にパティキュレートが堆積して、ブリッジを引き起してしまう。また、ハニカムフィルタ 10 の排気ガス流出側を高温に加熱することができず、排気ガス流出側付近の壁部 13 に堆積したパティキュレートを燃焼除去することができない。すると、ハニカムフィルタ 10 の再生処理において、パティキュレートの燃焼が排気ガス流入側から中央部付近までで発生し、ハニカムフィルタ 10 に熱応力に起因するクラックが発生してしまう。

また、上記 $L/1$ は、 $100 \leq L/1 \leq 300$ であることが望ましい。より好適に、壁部 13 に堆積したパティキュレートを燃焼除去させることができるからである。

また、本発明のハニカムフィルタ 10 では、貫通孔 11 の内壁の面粗度 R_a は、 $R_a \leq 100 \mu m$ である。そのため、上記再生処理により壁部 13 に残留したアッシュが壁部 13 から剥がれやすくなっている。従って、上記再生処理において、層流の状態で流通する高温のガスにより、壁部 13 に堆積したアッシュを容易に移動させることができ、壁部 13 の全面に均一な状態でアッシュが残留することを防止することができると推定される。

なお、上述した通り、従来のハニカムフィルタでは、壁部に残留したアッシュが剥がれにくいという問題があり、その原因についてはよく判らなかったが、本発明者らの研究により、壁部の内壁の面粗度 R_a を $R_a \leq 100 \mu m$ とすることで、上記壁部に残留したアッシュを剥がれやすくすることができると判明し

た。

貫通孔 11 の内壁の面粗度 R_a が $100\mu m$ を超えると、ハニカムフィルタ 10 の再生処理後に壁部 13 に堆積したアッシュが壁部 13 から剥離しにくく、上記再生処理において、貫通孔 11 の内部に流入してきた高温のガスによって上記アッシュが貫通孔 11 の排気ガス流出側へ移動することがない。そのため、上記アッシュが壁部 13 の全体に存在することとなり、ハニカムフィルタ 10 の再生処理を繰り返し行くと、ハニカムフィルタ 10 の初期の圧損がすぐに高くなり、長期間にわたって連続して使用することができなくなる。

貫通孔 11 の内壁の面粗度 R_a の望ましい上限は $50\mu m$ であり、より望ましい上限は $10\mu m$ である。ハニカムフィルタ 10 の再生処理において、貫通孔 11 に流入してきた層流状のガスにより、貫通孔 11 に堆積したアッシュを、より好適に壁部 13 から剥離させ、該アッシュを貫通孔 11 の内部で移動させることができるからだと推定される。

貫通孔 11 の内壁の面粗度 R_a の望ましい下限は $1.0\mu m$ である。貫通孔 11 の内壁の面粗度 R_a が $1.0\mu m$ 未満であると、パーティキュレートが蓄積されて、貫通孔 11 の内壁を構成する多孔質セラミックの粒子間の隙間が充填されてしまうので、貫通孔 11 の内壁が目詰まりしてしまうことがある。よって、再生後にアッシュが粒子間にたまりやすくなるため、アッシュの剥離が困難となる。加えて貫通孔 11 の内壁を構成する粒子間の隙間を充填するように捕集されているパーティキュレートは、凝集して反応しにくいので、再生は困難なものとなる。貫通孔 11 の内壁の面粗度 R_a が $1.0\mu m$ 以上であると、排気ガスに多種多様な流れを生じさせることができるので、貫通孔 11 の内壁の目詰まりを防止しつつパーティキュレートの捕集を行い、再生処理における反応性の低下を防止することができる。また、排気ガスに多種多様な流れを生じさせることにより、排気ガスの流出入を激しくすることができるので、貫通孔 11 の内壁からアッシュを剥離しやすくなると推定される。

本発明のハニカムフィルタ 10 は多孔質セラミックからなるものである。

上記セラミックとしては特に限定されず、例えば、コーージェライト、アルミナ、

シリカ、ムライト等の酸化物セラミック、炭化ケイ素、炭化ジルコニウム、炭化チタン、炭化タンタル、炭化タングステン等の炭化物セラミック、及び、窒化アルミニウム、窒化ケイ素、窒化ホウ素、窒化チタン等の窒化物セラミックを挙げることができるが、通常、コーージェライト等の酸化物セラミックが使用される。

- 5 安価に製造することができるとともに、比較的熱膨張係数が小さく、使用中に酸化されることがないからである。なお、上述したセラミックに金属珪素を配合した珪素含有セラミック、珪素や珪酸塩化合物で結合されたセラミックも用いることができる。

- 10 また、本発明のハニカムフィルタ 10 の気孔率は特に限定されないが、40～80%程度であることが望ましい。気孔率が40%未満であると、ハニカムフィルタ 10 がすぐに目詰まりを起こすことがあり、一方、気孔率が80%を超えると、ハニカムフィルタ 10 の強度が低下して用意に破壊されることがある。

なお、上記気孔率は、例えば、水銀圧入法、アルキメデス法及び走査型電子顕微鏡 (SEM) による観測等、従来公知の方法により測定することができる。

- 15 また、ハニカムフィルタ 10 の平均気孔径は5～100 μm 程度であることが望ましい。平均気孔径が5 μm 未満であると、パーティキュレートが容易に目詰まりを起こすことがある。一方、平均気孔径が100 μm を超えると、パーティキュレートが気孔を通り抜けてしまい、該パーティキュレートを捕集することができず、フィルタとして機能することができないことがある。

- 20 また、図 1 (b) に示した通り、ハニカムフィルタ 10 には、排気ガスを流通させるための多数の貫通孔 11 が壁部 13 を隔てて長手方向に並設されており、この貫通孔 11 の入り口側又は出口側のいずれかが充填材 12 により目封じされている。

- 25 充填材 12 を構成する材料としては特に限定されず、例えば、上述したセラミックを挙げることかでき、特に、ハニカムフィルタ 10 を構成するセラミック材料と同様の材料であることが望ましい。熱膨張率を同じものとすることができるため、使用時や再生処理時における温度変化に起因するクラックの発生を防止することができるからである。

ハニカムフィルタ 10 の大きさとしては特に限定されず、使用する内燃機関の排気通路の大きさ等を考慮して適宜決定される。

また、その形状としては、柱状であれば特に限定されず、例えば、円柱状、楕円柱状、角柱状等任意の形状を挙げることができるが、通常、図 1 に示したように円柱状のものがよく用いられる。

また、本発明のハニカムフィルタにおいて、柱状体は、複数の貫通孔が隔壁を隔てて長手方向に並設された角柱形状の多孔質セラミック部材が接着剤層を介して複数個結束されて構成されていることが望ましい。上記柱状体が複数の多孔質セラミック部材に分割されているため、使用中に多孔質セラミック部材に作用する熱応力を低減させることができ、本発明のハニカムフィルタを非常に耐熱性に優れたものとすることができる。また、多孔質セラミック部材の個数を増減させることで自由にその大きさを調整することができる。

図 2 は、本発明のハニカムフィルタの別の一例を模式的に示した斜視図であり、図 3 (a) は、図 2 に示したハニカムフィルタを構成する多孔質セラミック部材の一例を模式的に示した斜視図であり、(b) は、その B-B 線断面図である。

図 2 に示したように、本発明のハニカムフィルタ 20 は、多孔質セラミック部材 30 が接着剤層 24 を介して複数個結束されてセラミックブロック 25 を構成し、このセラミックブロック 25 の周囲にシール材層 26 が形成されている。また、この多孔質セラミック部材 30 は、図 3 に示したように、長手方向に多数の貫通孔 31 が並設され、貫通孔 31 同士を隔てる隔壁 33 がフィルタとして機能するようになっている。

即ち、多孔質セラミック部材 30 に形成された貫通孔 31 は、図 3 (b) に示したように、排気ガスの入り口側又は出口側の端部のいずれかが充填材 32 により目封じされ、一の貫通孔 31 に流入した排気ガスは、必ず貫通孔 31 を隔てる隔壁 33 を通過した後、他の貫通孔 31 から流出されるようになっている。

また、シール材層 26 は、ハニカムフィルタ 20 を内燃機関の排気通路に設置した際、セラミックブロック 25 の外周部から排気ガスが漏れ出すことを防止する目的で設けられているものである。

なお、図3(b)中、矢印は排気ガスの流れを示している。

このような構成のハニカムフィルタ20が内燃機関の排気通路に設置され、内燃機関より排出された排気ガス中のパーティキュレートは、このハニカムフィルタ20を通過する際に隔壁33により捕捉され、排気ガスが浄化される。

5 このようなハニカムフィルタ20は、極めて耐熱性に優れ、再生処理等も容易であるため、種々の大型車両やディーゼルエンジン搭載車両等に使用されている。

10 なお、このような構造の本発明のハニカムフィルタ20においては、多孔質セラミック部材30の貫通孔31の最長辺の長さが、上述したハニカムフィルタ10における1となり、多孔質セラミック部材30の貫通孔31の面積が、上述したハニカムフィルタ10におけるSとなり、多孔質セラミック部材30の長手方向長さが、上述したハニカムフィルタ10におけるLとなる。そして、本発明のハニカムフィルタ20においても、上記1とLが、 $60 \leq L/1 \leq 500$ の関係を有するか、上記SとLが、 $20 \leq L/S \leq 400$ の関係を有し、かつ、貫通孔31の内壁のJIS B 0601による面粗度Raが、 $Ra \leq 100 \mu m$ となる。

15 多孔質セラミック部材30の材料としては特に限定されず、上述したセラミック材料と同様の材料を挙げることができるが、これらのなかでは、耐熱性が大きく、機械的特性に優れ、かつ、熱伝導率も大きい炭化ケイ素が望ましい。

20 また、多孔質セラミック部材30の気孔率及び平均気孔径は、上記図1を用いて説明した本発明のハニカムフィルタ10と同様の気孔率及び平均気孔径を挙げることができる。

25 このような多孔質セラミック部材30を製造する際に使用するセラミックの粒径としては特に限定されないが、後の焼成工程で収縮が少ないものが望ましく、例えば、 $0.3 \sim 50 \mu m$ 程度の平均粒径を有する粉末100重量部と、 $0.1 \sim 1.0 \mu m$ 程度の平均粒径を有する粉末5～65重量部とを組み合わせたものが望ましい。上記粒径のセラミック粉末を上記配合で混合することで、多孔質セラミック部材30を製造することができるからである。

接着剤層24を構成する材料としては特に限定されず、例えば、無機バインダ

一、有機バインダー、無機繊維及び無機粒子からなるもの等を挙げることができる。

上記無機バインダーとしては、例えば、シリカゾル、アルミナゾル等を挙げることができる。これらは、単独で用いてもよく、2種以上を併用してもよい。上

5 記無機バインダーのなかでは、シリカゾルが望ましい。

上記有機バインダーとしては、例えば、ポリビニルアルコール、メチルセルロース、エチルセルロース、カルボキシメチルセルロース等を挙げることができる。これらは、単独で用いてもよく、2種以上を併用してもよい。上記有機バインダーのなかでは、カルボキシメチルセルロースが望ましい。

10 上記無機繊維としては、例えば、シリカーアルミナ、ムライト、アルミナ、シリカ等のセラミックファイバー等を挙げることができる。これらは、単独で用いてもよく、2種以上を併用してもよい。上記無機繊維のなかでは、シリカーアルミナファイバーが望ましい。

上記無機粒子としては、例えば、炭化物、窒化物等を挙げることができ、具体的には、炭化珪素、窒化珪素、窒化硼素等からなる無機粉末又はウイスキー等を
15 挙げることができる。これらは、単独で用いてもよく、2種以上を併用してもよい。上記無機粒子のなかでは、熱伝導性に優れる炭化珪素が望ましい。

図2に示したハニカムフィルタ20では、セラミックブロック25の形状は円柱状であるが、本発明のハニカムフィルタにおいては、セラミックブロックの形状は円柱状に限定されることはなく、例えば、楕円柱状や角柱状等任意の形状の
20 ものを挙げることができる。

また、セラミックブロック25の外周には、セラミックブロック25の外周から排気ガスが流出することを防止する目的でシール材層26が形成されており、このようなシール材層26の材料としては特に限定されず、例えば、上述した接
25 着剤層24と同様の材料を挙げることができる。

シール材層26の厚さとしては特に限定されず、例えば、0.3～1.0mm程度であることが望ましい。0.3mm未満であると、セラミックブロック25の外周から排気ガスが漏れ出す場合があり、一方、1.0mmを超えると、排気

ガスの漏れ出しは充分に防止することができるものの、経済性に劣るものとなる。

また、本発明のハニカムフィルタには、排気ガス中のCO、HC及びNO_x等を浄化することができる触媒が担持されていてもよい。

5 本発明のハニカムフィルタは、このような触媒を担持することにより、排気ガス中のパーティキュレートを捕集するフィルタとして機能するとともに、排気ガスに含有される上記CO、HC及びNO_x等を浄化するための触媒担持体として機能することができる。

10 また、本発明のハニカムフィルタでは、触媒により貫通孔の内壁を被覆することで、アッシュを剥がしやすくすることができる。なぜなら、通常、燃料等から排気ガスに含まれる、硫酸化物、燐酸化物といった化合物がアッシュとなって、触媒コート層、フィルタとの反応を引き起こして付着している。しかしながら、上記触媒のような金属を付着させることで、アッシュと触媒コート層、フィルタとの反応を防止することができる」と推定される。

15 上記触媒としては、排気ガス中のCO、HC及びNO_x等を浄化することができる触媒であれば特に限定されず、例えば、白金、パラジウム、ロジウム等の貴金属等を挙げることができる。また、貴金属に加えて、アルカリ金属（元素周期表1族）、アルカリ土類金属（元素周期表2族）、希土類元素（元素周期表3族）、遷移金属元素が加わることもある。

20 また、本発明のハニカムフィルタに上記触媒を付与する際には、予めその表面をアルミナ等のサポート材により被覆した後に、上記触媒を付与することが好ましい。これにより、比表面積を大きくして、触媒の分散度を高め、触媒の反応部位を増やすことができる。また、サポート材によって触媒金属のシンタリングを防止することができるので、触媒の耐熱性も向上する。加えて、圧力損失を下げることを可能にする。

25 上記触媒が担持された本発明のハニカムフィルタは、従来公知の触媒付DPF（ディーゼル・パーティキュレート・フィルタ）と同様のガス浄化装置として機能するものである。従って、ここでは、本発明のハニカムフィルタが触媒担持体としても機能する場合の詳しい説明を省略する。

以上、説明したように、本発明のハニカムフィルタは、貫通孔の長手方向に垂直な断面の最長辺の長さ l (mm) と、ハニカムフィルタ (柱状体) の長手方向の長さ L (mm) とが、 $60 \leq L/l \leq 500$ の関係を有するか、又は、貫通孔の長手方向に垂直な断面の面積 S (mm²) と、ハニカムフィルタ (柱状体) の長手方向の長さ L (mm) とが、 $20 \leq L/S \leq 400$ の関係を有し、かつ、貫通孔の内壁の J I S B 0601 に規定する面粗度 R_a が $100 \mu m$ 以下である。

従って、本発明のハニカムフィルタは、その再生処理において、貫通孔の内部に加熱手段により加熱されたガスを層流の状態で流入させることができ、上記貫通孔の内壁に堆積したパーティキュレートを、排気ガス流入側から逐次的に燃焼させることができ、該パーティキュレートを略完全に燃焼除去することができる。

また、本発明のハニカムフィルタでは、面粗度 R_a が $100 \mu m$ 以下であるため、上記ハニカムフィルタの再生処理後に壁部に残留するアッシュが剥がれやすくなっている。そのため、上記ハニカムフィルタの再生処理において、貫通孔の内部に流入される層流状の高温のガスによって、上記アッシュを貫通孔内で容易に移動させることができ、壁部の全面に均一な状態でアッシュが残留することを防止することができる。

次に、本発明の排気ガス浄化装置について説明する。

本発明の排気ガス浄化装置は、内燃機関の排気通路に接続するケーシング内に加熱手段とともに本発明の排気ガス浄化用ハニカムフィルタが設置された排気ガス浄化装置であって、

上記排気ガス浄化用ハニカムフィルタの再生処理を行う際に、上記加熱手段により加熱されたガスを、流入速度 $0.3 m/sec$ 以上、酸素濃度 6% 以上の条件で上記排気ガス浄化用ハニカムフィルタに流入させることを特徴とするものである。

図 4 は、本発明の排気ガス浄化装置の一例を模式的に示した断面図である。

図 4 に示したように、本発明の排気ガス浄化装置 100 は、主に、上述した本発明のハニカムフィルタ 20、ハニカムフィルタ 20 の外方を覆うケーシング 1

30、ハニカムフィルタ20とケーシング130との間に配置された保持シール材120、及び、ハニカムフィルタ20の排気ガス流入側に設けられた加熱手段110から構成されており、ケーシング130の排気ガスが導入される側の端部には、エンジン等の内燃機関に連結された導入管140が接続されており、ケーシング130の他端部には、外部に連結された排出管150が接続されている。なお、図4中、矢印は排気ガスの流れを示している。

また、図4において、ハニカムフィルタは図2に示したハニカムフィルタ20を用いているが、本発明の排気ガス浄化装置において用いるハニカムフィルタは、図1に示したハニカムフィルタ10であってもよい。

10 このような構成からなる本発明の排気ガス浄化装置100では、エンジン等の内燃機関から排出された排気ガスは、導入管140を通してケーシング130内に導入され、ハニカムフィルタ20の貫通孔31から隔壁33を通過してこの隔壁33でパーティキュレートが捕集されて浄化された後、排出管150を通して外部へ排出されることとなる。

15 本発明の排気ガス浄化装置100では、このようにして排気ガスの浄化を行うのであるが、ハニカムフィルタ20の隔壁33に大量のパーティキュレートが堆積し、圧損が高くなると、ハニカムフィルタ20の再生処理が行われる。

上記再生処理では、加熱手段110を用いて加熱されたガスをハニカムフィルタ20の貫通孔31の内部へ流入させることで、ハニカムフィルタ20を加熱し、壁部13に堆積したパーティキュレートを燃焼除去させるのである。

加熱手段110により加熱されるガスとしては、例えば、エンジン等の内燃機関から排出される排気ガスや空気等を挙げることができる。

25 本発明の排気ガス浄化装置100では、上記再生処理において、加熱手段110により加熱されたガスを、流入速度0.3m/sec以上、酸素濃度6%以上の条件でハニカムフィルタ20に流入させる。

本発明のハニカムフィルタ20は、上述した通り、その再生処理において、隔壁33に堆積したパーティキュレートを略完全に燃焼除去させることができるとともに、再生処理後に隔壁33に残留したアッシュが剥がれやすい状態となってい

る。このようなハニカムフィルタ 20 を用いた本発明の排気ガス浄化装置 100 では、ハニカムフィルタ 20 の再生処理において、上述したような条件で加熱手段 110 により加熱された高温のガスをハニカムフィルタ 20 に流入させるため、ハニカムフィルタ 20 の隔壁 33 の略全面に均一な状態で残留したアッシュを貫通孔 31 の排気ガス流出側へ移動させ、この部分に堆積するようにすることができると考えられる。

その結果、隔壁 33 の排気ガス流出側以外の部分には、アッシュが殆ど存在しないこととなり、隔壁 33 の濾過可能領域を長期間にわたって広く確保することができ、ハニカムフィルタ 20 のパティキュレートの捕集と再生処理とを繰り返して行っても、ハニカムフィルタ 20 の初期の圧損が高くなりにくくなり、長期間にわたって連続して使用することができる。

上記ガスを、流入速度 0.3 m/sec 以上、酸素濃度 6% 以上の条件でハニカムフィルタ 20 に流入させるには、上記ガスとして排気ガスを使用する場合、例えば、導入管 140 の途中又はケーシング 130 の排気ガス流入側端面近傍等に、排気ガスの流速及び酸素濃度を調整することができる装置を取り付け、該装置を用いて排気ガスを、流入速度を 0.3 m/sec 以上、酸素濃度 6% 以上の条件でハニカムフィルタ 20 に流入させる。

また、上記ガスとして空気を使用する場合、例えば、導入管 140 の途中又はケーシング 130 の排気ガス流入側端部近傍に、ポンプ等を設け、該ポンプを用いて空気を、流入速度 0.3 m/sec 以上、酸素濃度 6% 以上の条件でハニカムフィルタ 20 に流入させる。

上記ガスの流入速度が 0.3 m/sec 未満であると、上記再生処理後を経ることで隔壁 33 に残留したアッシュを、貫通孔 31 の排気ガス流出側にまで移動させることができなかつたり、上記再生処理において、排気ガス流出側の隔壁 33 に堆積したパティキュレートを燃焼させることができず、再生不良を起こしたりする。また、上記ガスの酸素濃度が 6% 未満であると、隔壁 33 に堆積したパティキュレートを燃焼させることが困難となる。

加熱手段 110 は、上述した通り、ハニカムフィルタ 20 の再生処理において、

隔壁 3 3 に堆積したパーティキュレートを燃焼除去させるために、貫通孔 3 1 の内部に流入させるガスを加熱するために設けられており、このような加熱手段 1 1 0 としては特に限定されず、例えば、電気ヒータやバーナー等を挙げることができる。

- 5 また、本発明の排気ガス浄化装置では、図 4 に示したように、ハニカムフィルタ 2 0 の排気ガス流入側に設けた加熱手段 1 1 0 によりハニカムフィルタ 2 0 を加熱するような方式であってもよく、例えば、ハニカムフィルタに酸化触媒を担持させ、この酸化触媒を担持したハニカムフィルタに炭化水素を流入させることで、上記ハニカムフィルタを発熱させる方式であってもよく、また、ハニカムフィルタの排気ガス流入側に酸化触媒を配置し、該酸化触媒の排気ガス流入側に炭化水素を供給することで、上記酸化触媒を発熱させ、上記ハニカムフィルタを加熱する方式であってもよい。

- 15 酸化触媒と炭化水素との反応は、発熱反応であるので、この反応時に発生する多量の熱を利用することにより、排気ガスの浄化と並行して、ハニカムフィルタの再生を行うことができる。なお、このような場合であっても、上記再生処理において、ハニカムフィルタに流入させるガスは、流速が 0.3 m/sec 以上、酸素濃度が 6 % 以上である必要がある。

- 20 保持シール材 1 2 0 を構成する材料としては特に限定されず、例えば、結晶質アルミナ繊維、アルミナ-シリカ繊維、シリカ繊維等の無機繊維や、これらの無機繊維を一種以上含む繊維等を挙げることができる。

- 25 また、保持シール材 1 2 0 には、アルミナ及び／又はシリカが含有されていることが望ましい。保持シール材 1 2 0 の耐熱性及び耐久性が優れたものとなるからである。特に、保持シール材 1 2 0 は、5 0 重量%以上のアルミナが含有されていることが望ましい。9 0 0 ~ 9 5 0 °C 程度の高温下であっても、弾性力が高くなり、ハニカムフィルタ 1 0 を保持する力が高まるからである。

また、保持シール材 1 2 0 には、ニードルパンチ処理が施されていることが望ましい。保持シール材 1 2 0 を構成する繊維同士が絡み合い、弾性力が高くなり、ハニカムフィルタ 2 0 を保持する力が向上するからである。

保持シール材 120 の形状としては、ハニカムフィルタ 20 の外周に被覆することができる形状であれば特に限定されず、任意の形状を挙げることができるが、図 5 に示したような形状であることが望ましい。

図 5 は、保持シール材の一例を模式的に示した平面図である。

- 5 図 5 に示したように、保持シール材 120 は、平面視長方形の基材部 121 と、基材部 121 の一方の短辺に形成された凸部 122 と、基材部 121 の他の短辺に形成された凹部 123 とから構成されている。

- 10 保持シール材 120 の大きさとしては特に限定されず、ハニカムフィルタ 20 の大きさに合わせて適宜調整されるが、基材部 121 の長辺の長さは、ハニカムフィルタ 20 の外周の長さと同じであることが望ましい。ハニカムフィルタ 20 の外周に被覆された状態で保持シール材 120 に隙間が形成されないようにするためである。

- 15 また、基材部 121 の短辺の長さは、ハニカムフィルタ 20 の全長と略同様であることが望ましい。ハニカムフィルタ 20 の保持安定性が優れたものとなるからである。

また、凸部 122 と凹部 123 とは、保持シール材 120 をハニカムフィルタ 20 の外周に被覆された状態で、丁度嵌合される大きさ及び位置に形成されている。

- 20 保持シール材 120 をこのような形状とすることで、ハニカムフィルタ 20 の外径公差や、保持シール材 120 の巻き方による差を調整することができるとともに、ハニカムフィルタ 20 の外周で保持シール材 120 にズレが発生することを防止することができる。

- 25 なお、本発明の排気ガス浄化装置における保持シール材の形状は、図 5 に示した保持シール材 120 のような形状に限定されることはなく、例えば、平面視板状や、平面視長方形の基材部の両端に、複数の凸部及び複数の凹部が形成された形状等任意の形状を挙げることができる。

ケーシング 130 の材質としては特に限定されず、例えば、ステンレス等を挙げることができる。

また、その形状は特に限定されず、図6 (a) に示したケーシング41のような筒状であってもよく、(b) に示したケーシング42のような筒をその軸方向に2分割した2分割シェル状であってもよい。

また、ケーシング130の大きさは、ハニカムフィルタ10を、保持シール材120を介して内部に設置することができるように適宜調整される。そして、図4に示したように、ケーシング130の一端面には、排気ガスを導入させる導入管140が接続され、他端面には、排気ガスを排出させる排出管150が接続されるようになっている。

このように、本発明の排気ガス浄化装置は、上述した本発明のハニカムフィルタを用いるとともに、ハニカムフィルタの再生処理において、加熱手段により加熱させたガスを流入速度 0.3 m/sec 以上、酸素濃度6%以上の条件で上記ハニカムフィルタに流入させるものである。

そのため、本発明の排気ガス浄化装置を用いてハニカムフィルタの再生処理を行うと、ハニカムフィルタの壁部の略全面に均一な状態で残留したアッシュを貫通孔の排気ガス流出側へ移動させ、この部分に堆積するようにすることができる。

その結果、壁部の排気ガス流出側以外の部分には、アッシュが殆ど存在しないこととなり、壁部の濾過可能領域を長期間にわたって広く確保することができ、ハニカムフィルタのパティキュレートの捕集と再生処理とを繰り返し行っても、ハニカムフィルタの初期の圧損が高くなりにくく、長期間にわたって連続して使用することができる。

次に、本発明のハニカムフィルタ、及び、本発明の排気ガス浄化装置の製造方法の一例について説明する。

まず、本発明のハニカムフィルタの製造方法について説明する。

本発明のハニカムフィルタの構造が図1に示したような、その全体が一の焼結体から構成されたものである場合、まず、上述したようなセラミックを主成分とする原料ペーストを用いて押出成形を行い、図1に示したハニカムフィルタ10と略同形状のセラミック成形体を作製する。

上記押出成形では、押出成形機の先端部分に設けられ、多数の細孔が形成され

た金属製のダイスから上記原料ペーストを連続的に押し出し、所定の長さで切断することで上記セラミック成形体を作製するのであるが、本発明のハニカムフィルタを製造するには、上記ダイスに形成された細孔の壁面に研磨処理等を施しておき、その面粗度 R_a が $100\mu m$ 以下となるように調整しておく。

5 上記ダイスの細孔の壁面は、押出成形において原料ペーストが直接接触する部分であり、この壁面の面粗度が大きなものとなっていると、作製するセラミック成形体の貫通孔となる開口の内壁の面粗度が大きなものとなってしまう、後工程を経て製造する本発明のハニカムフィルタの貫通孔の内壁の面粗度 R_a が $100\mu m$ を超えるものになってしまう。

10 なお、上記原料ペーストの粘度、各材料の粒径、配合比等を調整することによっても、製造するハニカムフィルタの貫通孔の内壁の面粗度 R_a を $100\mu m$ 以下に調整することも可能である。

15 また、上記セラミック成形体の長手方向の長さ (L' (mm)) は、該セラミック成形体の貫通孔となる開口の最長辺 (壁を除いた内径) の長さ (l' (mm))、又は、開口の面積 (S' (mm²)) に合わせて決定されるが、具体的には、上記 L' と l' とが、 $60 \leq L' / l' \leq 500$ となるように、又は、上記 L' と S' とが、 $20 \leq L' / S' \leq 400$ となるように L' を調整する。

20 このようにセラミック成形体の長手方向の長さ L' を調整することで、貫通孔の長手方向に垂直な断面の最長辺 (壁を除いた内径) の長さ l (mm) と、ハニカムフィルタ (柱状体) の長手方向の長さ L (mm) とが、 $60 \leq L / l \leq 500$ の関係を有する第一の本発明のハニカムフィルタ、又は、貫通孔の長手方向に垂直な断面の面積 S (mm²) と、ハニカムフィルタ (柱状体) の長手方向の長さ L (mm) とが、 $20 \leq L / S \leq 400$ の関係を有する第二の本発明のハニカムフィルタを製造することができる。

25 次に、上記セラミック成形体に所定の条件で脱脂、焼成を行うことにより、多孔質セラミックからなり、その全体が一の焼結体から構成されたハニカムフィルタを製造する。

上記原料ペーストの組成、セラミック成形体の脱脂及び焼成の条件等は、従来

から多孔質セラミックからなるハニカムフィルタを製造する際に用いられている条件を適用することができる。

なお、セラミック成形体の脱脂及び焼成の際に、セラミック成形体の貫通孔に流入させるガスの流入速度を調整することによっても、本発明のハニカムフィルタの貫通孔の内壁の面粗度 R_a を調整することができ、ガスの流入速度を大きくすることより、本発明のハニカムフィルタの貫通孔の内壁の面粗度 R_a を大きくすることができる。

本発明のハニカムフィルタに触媒を担持させる場合には、水素ガスで還元しながらセラミック成形体の焼成を行うことが好ましい。これにより、焼成後のセラミック焼成体の表面が改質され、濡れ性が変わり、触媒を付与しやすくなると考えられる。

本発明のハニカムフィルタに触媒を担持させる場合には、セラミック焼成体をフッ化水素酸中に浸漬することが好ましい。これにより、セラミック改質され、濡れ性が変わり、触媒を付与しやすくなると考えられる。

続いて、本発明のハニカムフィルタに触媒を担持させる場合には、焼成後のセラミック成形体の表面にアルミナ膜を形成し、アルミナ膜に触媒を付与することが好ましい。

具体的には、以下に記載する (A)、(B) 及び (C) の方法をその順番で実施することにより、アルミナ膜、助触媒及び触媒を付与する。

20 (A) アルミナコート法

(A-1) 溶液含浸工程

溶液含浸工程は、焼成後のセラミック成形体の表面に、アルミニウムを含有する金属化合物の溶液をゾルーゲル法により含浸させることにより、アルミナ膜を被膜するための処理である。

上記アルミニウムを含有する金属化合物の溶液における出発金属化合物としては、金属無機化合物と金属有機化合物を用いることができる。

上記金属無機化合物としては、例えば、 $Al(NO_3)_3$ 、 $AlCl_3$ 、 $AlOCl$ 、 $AlPO_4$ 、 $Al_2(SO_4)_3$ 、 Al_2O_3 、 $Al(OH)_3$ 、 Al 等が用

いられる。なかでも特に、 $\text{Al}(\text{NO}_3)_3$ や AlCl_3 は、アルコール、水等の溶媒に溶解しやすく扱い易いので好適である。

上記金属有機化合物としては、例えば、金属アルコキシド、金属アセチルアセトネート、金属カルボキシレート Al 等が用いられる。具体例としては、 $\text{Al}(\text{OCH}_3)_3$ 、 $\text{Al}(\text{OC}_2\text{H}_5)_3$ 、 $\text{Al}(\text{iso-OC}_3\text{H}_7)_3$ 等がある。

上記アルミニウムを含有する金属化合物の溶液の溶媒としては、水、アルコール、ジオール、多価アルコール、エチレングリコール、エチレンオキシド、トリエタノールアミン、キシレン等から上記金属化合物の溶解度を考慮し少なくとも1つ以上を混合して使う。

10 また、溶液を作製する際には、溶媒として、塩酸、硫酸、硝酸、酢酸、フッ酸等を加えることもある。

好ましい金属化合物の例としては、 $\text{Al}(\text{NO}_3)_3$ を挙げることができ、比較的低温で溶媒に溶解し、原料溶液の作製が容易である。また、好ましい溶媒の例としては、1, 3-ブタンジオールを挙げることができる。第1の理由は、粘度が適当であり、ゲル状態で適当な厚みのゲル膜をつけることが可能だからである。第2の理由は、この溶媒は、溶液中で金属アルコキシドを形成するので酸素・金属・酸素の結合からなる金属酸化物重合体、即ち金属酸化物ゲルの前駆体を形成しやすいからである。

20 $\text{Al}(\text{NO}_3)_3$ の量は10～50重量%であることが好ましい。10重量%未満であると、触媒の活性を長時間維持するだけの表面積をもつアルミナ量を担持することができず、50重量%を超えると、溶解時に発熱量が多く溶液がゲル化しやすくなってしまうからである。

上記金属化合物の含浸溶液を作製するときの温度は、50～130℃が望ましい。50℃未満であると、溶質の溶解度が低いからであり、一方130℃を超えると、反応が急激に進行しゲル化に至るため、塗布溶液として使用できないからである。

上記金属化合物の含浸溶液を作製するときの攪拌時間は1～9時間が望ましい。この理由は、上記範囲内では溶液の粘度が安定しているからである。

溶液含浸工程では、上記のようにして調整した金属化合物の溶液を、焼成後のセラミック成形体に部分的に含浸させて、定着させることが好ましく、例えば、触媒を担持させたい目的のところまで含浸させることにより、担持部位と非担持部位が設けられる。その後次の乾燥工程に進む。

5 (A-2) 乾燥工程

乾燥工程は、 NO_2 等の揮発成分を蒸発除去し、溶液をゲル化してセラミック粒子表面に固定すると同時に、余分の溶液を除去する処理であって、 $120 \sim 170^\circ\text{C}$ で2時間程度の加熱を行う。加熱温度が 120°C よりも低いと、揮発成分が蒸発し難く、一方 170°C よりも高いと、ゲル化した膜厚が不均一になるから

10 である。

(A-3) 仮焼成工程

仮焼成工程は、残留成分を除去して、アモルファスのアルミナ膜を形成するための仮焼成の処理であり、 $300 \sim 500^\circ\text{C}$ の温度に加熱することが望ましい。仮焼成の温度が 300°C より低いと、残留有機物を除去し難く、一方 500°C より高いと、 Al_2O_3 が結晶化し、その後の熱水処理により、小繊維突起状のベーマイトが形成できなくなるからである。

15

(A-4) 熱水処理工程

熱水処理工程では、小繊維突起状のベーマイトからなるアルミナ膜を形作るため、仮焼成したセラミック成形体を熱水中へ浸漬する処理を行う。このような熱水処理を行うと、その直後にアモルファスアルミナ膜の表面の粒子が解膠作用を受けてゾル状態で溶液中に放出され、また水和によって生じたベーマイト粒子が小繊維状突起となって凝縮し、解膠に対して安定な状態をつくる。

20

即ち、この熱水処理により、各セラミック粒子の表面に個別に付着したアルミナは、小繊維状（針状粒子）となって林立し、いわゆる植毛構造を呈して粗い表面となる。それ故に高い比表面積のアルミナ膜が形成される。

25

上記熱水処理の温度は $50 \sim 100^\circ\text{C}$ が望ましい。 50°C より低いと、アモルファスアルミナ膜の水和が進行せず、小繊維突起状のベーマイトを形成しないからである。一方、 100°C より高いと、水が蒸発し、工程を長時間維持しがたい。

処理時間については1時間以上が望ましい。1時間より短いとアモルファスアルミナの水和が不十分になるからである。

(A-5) 本焼成工程

- この工程では、水和によって生じたペーマイトを膜水させてアルミナ結晶とするための処理を行う。好ましい本焼成の温度は500～1000℃で、5～20時間の処理を行う。本焼成の温度が500℃より低いと、結晶化が進まないからであり、一方、1000℃よりも高いと、結晶化が進行しすぎて、表面積が低下する傾向にあるからである。

なお、(A-3)、(A-4)の工程は省略することができる。

- 10 別のサポート材の担持方法としては、以下の方法もある。

まず、溶液作成方法としては、サポート材の粉末を粉砕機等で微細に粉砕し、溶剤と攪拌し混合することで、溶液を製作する。

- 具体的には、アルミナ、チタニア、ジルコニア等の酸化物の粉末をゾルゲル法等によって製作する。このとき、触媒のコート層として用いるために出来るだけ高い比表面積を有したものであることがよく、望ましくは $250\text{ m}^2/\text{g}$ 以上の高い比表面積値を有するものを選択することが望ましい。比表面積が高いことからγ-アルミナを選択することが望ましい。また、硫黄の分解反応を促進させるため、チタニアを加えることが望ましい。

- これらの粉末に、水合アルミナ、アルミナゾル、シリカゾルのような、無機質のバインダを加えたり、純水、水、アルコール、ジオール、多価アルコール、エチレングリコール、エチレンオキシド、トリエタノールアミン、キシレン等の溶媒を、5～20重量%程度加え、粉砕して攪拌する。このとき、サポート材として用いられる酸化物が500nm以下程度になるまで粉砕を行なう。細かく粉砕することで、粒子上に均一にアルミナ膜を形成することができる。

- 25 上記金属酸化物の粉末入り溶液を、上述したように、部分的に含浸する。

これを、110～200℃で2時間程度の加熱を行って乾燥させた後、本焼成を行う。好ましい本焼成の温度は500～1000℃で、1～20時間の処理を行う。本焼成の温度が500℃より低いと、結晶化が進まないからであり、一方、

1000℃よりも高いと、結晶化が進行しすぎて、表面積が低下する傾向にあるからである。また、これらの工程前後の重量を測定することで、担持量を計算することができる。

(B) 助触媒、NO_x触媒を担持する方法

5 (B-1) 溶液含浸工程

溶液含浸工程は、セラミック成形体の表面に希土類元素等を含有する金属化合物の溶液をゾルゲル法により含浸させることにより、希土類酸化物膜、アルカリ金属、アルカリ土類金属、希土類元素、及び、遷移金属元素を含む膜を被膜するための処理である。

- 10 上記希土類元素等を含有する金属化合物の溶液のうち、セリウム含有化合物の溶液としては、例えば、Ce(NO₃)₃、CeCl₃、Ce₂(SO₄)₃、CeO₂、Ce(OH)₃、Ce₂(CO₃)₃等が用いられる。

- 上記混合溶液の溶媒としては、水、アルコール、ジオール、多価アルコール、エチレングリコール、エチレンオキシド、トリエタノールアミン、キシレン等から上記金属化合物の溶解度を考慮し少なくとも1つ以上を混合して使う。
- 15

また、溶液を作成するときの触媒としては、塩酸、硫酸、硝酸、酢酸、フッ酸を加えることもある。

- 更に、アルミナ膜の耐熱性を向上するために、希土類酸化物の他に、Li、K、Ca、Sr、Ba、La、Pr、Nd、Si、Zrの単体及び化合物を出発原料
- 20

- 好ましい金属化合物の例としては、Ce(NO₃)₃を挙げることができ、比較的低温で溶媒に溶解し、原料溶液の作製が容易である。また、好ましい溶媒の例としては、エチレングリコールを挙げることができる。その理由は、粘度が適当であり、セラミック粒子上に適当な厚みのゲル膜をつけることが可能だからである。
- 25

Ce(NO₃)₃の量は1～30重量%であることが好ましい。1重量%未満であると、スス酸化を促進することができず、30重量%を超えると、焼成後CeO₂の粒成長が起こるからである。

Al (NO₃)₃とCe (NO₃)₃との配合割合は、10 : 2となるように設定することが好ましい。その理由は、Al (NO₃)₃をリッチにすることで、焼成後のCeO₂粒子の分散度を向上することができるからである。

上記金属化合物の含浸溶液を作製するときの温度は、50～130℃が望ましい。50℃未満であると、溶質の溶解度が低いからであり、一方130℃を超えると、反応が急激に進行し不均一溶液となって使用できないからである。

上記金属化合物の含浸溶液を作製するときの攪拌時間は1～9時間が望ましい。この理由は、上記範囲内では溶液の粘度が安定しているからである。

上記セリウム含有金属化合物Ce (NO₃)₃については、上述した例の他、ジルコニウムとの複合酸化物又は固溶体を生成させるために、ジルコニウム源として、例えば、ZrO (NO₃)₂やZrO₂を用い、これらを水やエチレングリコールに溶解して混合溶液とし、その混合溶液に含浸させた後、乾燥、焼成することにより、上記複合酸化物を得るようにすることが好ましい。

溶液含浸工程では、上記のようにして調整された金属化合物の溶液を、焼成後のセラミック成形体に部分的に含浸させて、定着させることが好ましく、例えば、触媒を担持させたい目的のところまで含浸させることにより、担持部位と非担持部位が設けられる。その後次の乾燥工程に進む。

(B-2) 乾燥工程

乾燥工程は、NO₂等の揮発成分を蒸発除去し、溶液をセラミック粒子表面に分散して固定すると同時に、余分の溶液を除去する処理であって、120～170℃で2時間程度の加熱を行う。加熱温度が120℃よりも低いと、揮発成分が蒸発し難く、一方170℃よりも高いと、分散が不均一になるからである。

(B-3) 焼成工程

焼成工程は、残留成分を除去して、アルミナ膜にCeO₂を形成するための焼成の処理であり、窒素雰囲気中で、500～800℃の温度で1～2時間加熱することが望ましい。仮焼成の温度が500℃より低いと、残留有機物を除去し難く、一方800℃より高いと、粒成長が起こるからである。

(C) 触媒（活性成分）の担持方法

セラミック成形体の表面を、例えば、希土類酸化物含有アルミナ膜により被覆し、そのアルミナ膜に対して白金等の活性成分を担持させる。上記活性成分の担持量は、白金等を含む水溶液を担体の吸水量だけ浸して、表面がわずかに濡れ始める状態になるようにして決定する。

- 5 例えば、セラミック成形体が保持する吸水量というのは、乾燥セラミック成形体の吸水量測定値を22.46重量%とし、このセラミック成形体の質量が110g、容積が0.1631であれば、このセラミック成形体は24.7g/lの水を吸水する。

- ここで、白金の出発物質としては、例えば、ジニトロジアンミン白金硝酸溶液
10 ($[Pt(NH_3)_2(NO_2)_2]HNO_3$ 、白金濃度4.53重量%)を使用する。例えば、1.7g/lの白金を、セラミック成形体の全体に担持させるためには、セラミック成形体に $1.7(g/l) \times 0.163(1) = 0.272g$ の白金を担持させればよいので、蒸留水によりジニトロジアンミン白金硝酸溶液(白金濃度4.53重量%)を希釈する。即ち、ジニトロジアンミン白金硝酸溶液
15 (白金濃度4.53重量%) / 蒸留水の重量比率X(%)は、 $X = 0.272(白金量g) / 24.7(含水量g) / 4.53(白金濃度重量\%)$ で計算され、24.8重量%となる。

(C-1) 液含浸工程

- 上記のようにして調整した所定量のジニトロジアンミン白金硝酸水溶液を、目的のセラミック成形体に担持させたい量に調整してパレットに注ぐ。
20

そして、上記条件の場合は、濃度が24.8重量%で、全体を吸水させる所定時間おく。そして、セラミック成形体を覆うアルミナ担持膜表面に白金を均一に分散固定化させる。

(C-2) 乾燥、焼成工程

- 25 水溶液を浸したセラミック成形体は、110℃、2時間程度の処理にて乾燥して水分を除去したのち、窒素雰囲気中で、約500℃で1時間程度の条件の下で焼成を行い白金の金属化を図る。

なお、本実施形態では、白金等の活性成分を担持させる方法として、吸水させ

て白金を担持させる方法を用いたが、溶液の所定位置に固定し所定時間含浸して、目標位置まで担持させる含浸法、蒸発乾固法、平衡吸着法、インシピアント・ウェットネス法又はスプレー法を用いてもよい。

- 5 以上の工程で、焼成後のセラミック成形体の表面に、サポート材、助触媒、 NO_x 吸蔵型触媒、触媒が担持される。

- このときに、それぞれの担持する高さ（ハニカムフィルタを流れる排気ガスの方向に沿った長さ）については特に限定はされないが、触媒のつける高さに他のものすべてを合わせることが望ましい。なぜなら、サポート材、助触媒、 NO_x 吸蔵型触媒、触媒がすべて合わさると、相乗効果を持って、再生効果を増し、
10 必要ない所には、省くことで圧力損失を低くしたり、原料の無駄を無くしコスト低減につながるからである。

- また、本発明のハニカムフィルタの構造が、図2に示したような、多孔質セラミック部材が接着剤層を介して複数個結束されて構成されたものである場合、まず、上述したセラミックを主成分とする原料ペーストを用いて押出成形を行い、
15 図3に示した多孔質セラミック部材30のような形状の生成形体を作製する。

なお、上記押出成形は、上述した一の焼結体からなるハニカムフィルタにおける押出成形と同様の条件で行う。ただし、上記生成形体を作製する場合に使用するダイスは、その形状及び細孔の配置等が、上述した一の焼結体からなるハニカムフィルタを製造する際に使用するダイスと異なる。

- 20 次に、上記生成形体に所定の条件で脱脂、焼成を行うことにより、複数の貫通孔が隔壁を隔てて長手方向に並設された多孔質セラミック部材を製造する。

- なお、生成形体の脱脂及び焼成の際に、生成形体の貫通孔に流入させるガスの流入速度を調整することによっても、本発明のハニカムフィルタの貫通孔の内壁の面粗度 R_a を調整することができ、ガスの流入速度を大きくすることより、本
25 発明のハニカムフィルタの貫通孔の内壁の面粗度 R_a を大きくすることができる。

本発明のハニカムフィルタに触媒を担持させる場合には、水素ガスで還元しながらセラミック成形体の焼成を行うことが好ましい。これにより、焼成後のセラミック焼成体の表面が改質され、濡れ性が変わり、触媒を付与しやすくなると考

えられる。

本発明のハニカムフィルタに触媒を担持させる場合には、セラミック焼成体をフッ化水素酸中に浸漬することが好ましい。これにより、セラミック改質され、濡れ性が変わり、触媒を付与しやすくなると考えられる。

- 5 続いて、本発明のハニカムフィルタに触媒を担持させる場合には、上述した一の焼結体からなるハニカムフィルタを製造する際と同様にして、焼成後の生成形体の表面にアルミナ膜を形成し、アルミナ膜に触媒を付与することが好ましい。

- 次に、図7に示したように、多孔質セラミック部材30が斜めに傾斜した状態で積み上げることができるように、断面V字形状に構成された台80の上に、多孔質セラミック部材30を傾斜した状態で載置した後、上側を向いた2つの側面30a、30bに、接着剤層24となるペースト状の接着剤を均一な厚さで塗布して接着層81を形成し、この接着層81の上に、順次他の多孔質セラミック部材30を積層する工程を繰り返し、所定の大きさの角柱状の多孔質セラミック部材30の積層体を作製する。この際、セラミック積層体の4隅にあたる多孔質セラミック部材30には、四角柱形状の多孔質セラミック部材を2つに切断して作製した三角柱状の多孔質セラミック部材30cと、三角柱状の多孔質セラミック部材30cと同じ形状の樹脂部材82とを易剥離性の両面テープ等で貼り合わせてなるものを使用し、多孔質セラミック部材30の積層が完了した後に、セラミック積層体の4隅を構成する樹脂部材82を全て取り除くことによって、セラミック積層体を断面多角柱状にしてもよい。これにより、セラミック積層体の外周部を切削加工してセラミックブロックを作製した後に廃棄されることとなる多孔質セラミック部材からなる廃棄物の量を減らすことができる。

- 上記図7に示した方法以外であっても、断面多角柱状のセラミック積層体を作製する方法としては、作製するハニカムフィルタの形状に合わせて、例えば、4隅の多孔質セラミック部材を省略する方法、三角柱状の多孔質セラミック部材を組み合わせる方法等を用いることができる。また、もちろん四角柱状のセラミック積層体を作製してもよい。

次に、この多孔質セラミック部材30の積層体を加熱して接着層81を乾燥、

固化させて接着剤層 24 とし、その後、例えば、ダイヤモンドカッター等を用いて、その外周部を図 2 に示したような形状に切削することで、セラミックブロック 25 を作製する。

そして、セラミックブロック 25 の外周にシール材層 26 を形成することで、
5 多孔質セラミック部材が接着剤層を介して複数個結束されて構成されたハニカムフィルタを製造することができる。

なお、上記原料ペースト、接着剤及びシール材ペーストの組成、生成形体の脱脂及び焼成の条件等は、従来から多孔質セラミック部材が接着剤層を介して複数個結束されて構成されたハニカムフィルタを製造する際に用いられている条件等
10 を適用することができる。

このようにして製造したハニカムフィルタはいずれも柱状であり、その構造は、多数の貫通孔が壁部を隔てて並設されている。

ただし、ハニカムフィルタが、図 1 に示したような、その全体が一の焼結体からなる構造である場合、多数の貫通孔を隔てる壁部は、その全体が粒子捕集用フィルタとして機能するのに対し、ハニカムフィルタが、図 2 に示したような、
15 多孔質セラミック部材が接着剤層を介して複数個結束された構造である場合、多数の貫通孔を隔てる壁部は、多孔質セラミック部材を構成する隔壁と、当該多孔質セラミック部材を結束する接着剤層とからなるため、その一部、即ち、多孔質セラミック部材の接着剤層と接していない隔壁部分が粒子捕集用フィルタとして機能する。
20

次に、本発明の排気ガス浄化装置の製造方法について説明する。

本発明の排気ガス浄化装置を製造するには、まず、上述した本発明のハニカムフィルタの外周に被覆する保持シール材を作製する。

上記保持シール材を作製するには、まず、結晶質アルミナ繊維、アルミナシリカ繊維、シリカ繊維等の無機繊維や、これらの無機繊維を一種以上含む繊維等
25 を用いて無機質マット状物（ウェブ）を形成する。

また、上記無機質マット状物を形成する方法としては特に限定されず、例えば、上述した繊維等を、接着剤を含んだ溶液中に分散させ、紙を作る抄紙機等を利用

して無機質マット状物を形成する方法等を挙げることができる。

また、上記無機質マット状物にニードルパンチ処理を施すことが望ましい。ニードルパンチ処理を施すことにより、繊維同士を絡み合わせることができ、弾性力が高く、ハニカムフィルタを保持する力に優れる保持シール材を作製することができるからである。

その後、上記無機質マット状物に切断加工を施して、例えば、図5に示したような形状の保持シール材を作製する。

次に、本発明のハニカムフィルタの外周に上記保持シール材を被覆し、該保持シール材を固定する。

- 10 上記保持シール材を固定する手段としては特に限定されず、例えば、接着剤で貼着したり、紐状体で縛る手段等を挙げることができる。また、特別な手段で固定をせず、ハニカムフィルタに被覆しただけの状態、次の工程に移行しても差し支えない。なお、上記紐状体は、熱で分解する材料であってもよい。ケーシング内にハニカムフィルタを設置した後であれば、紐状体が熱により分解してもハニカムフィルタはケーシング内に設置されているので、保持シール材が剥がれて
- 15 しまうことはないからである。

次に、上記工程を経たハニカムフィルタをケーシング内に設置する。

なお、上記ケーシングの材料、形状及び構成等については、上述した通りであるのでここでは、その説明を省略する。

- 20 ハニカムフィルタを、ケーシング内に設置する方法としては、上記ケーシングが筒状のケーシング41である場合（図6（a））、例えば、保持シール材が被覆されたハニカムフィルタをその一端面から押し込み、所定の位置に設置した後、導入管、配管及び排出管等と接続するための端面を、ケーシング41の両端部に形成する方法を挙げることができる。なお、ケーシング41は有底の筒状であつてもよい。
- 25

この際、固定したハニカムフィルタが容易に移動しないように、かなりの力を加えた状態で、ようやく押し込むことができる程度に、保持シール材の厚さ、ハニカムフィルタの大きさ、ケーシング41の大きさ等を調整する必要がある。

また、図6（b）に示したように、上記ケーシングの形状が2分割シェル状のケーシング42である場合には、例えば、ハニカムフィルタを半筒状の下部シェル42b内の所定箇所に設置した後、上部固定部53に形成した貫通孔43aと、下部固定部44に形成した貫通孔44aとが丁度重なるように、半筒状の上部シェル42aを下部シェル42bの上に載置する。そして、ボルト45を貫通孔43a、44aに挿通しナット等で固定することで、上部シェル42aと下部シェル42bとを固定する。そして、導入管、配管及び排出管等と接続するための開口を有する端面を、ケーシング42の両端部に形成する方法を挙げることができる。この場合にも、固定したハニカムフィルタが移動しないように、保持シール材の厚さ、ハニカムフィルタの大きさ、ケーシング42の大きさ等を調整する必要がある。

この2分割シェル状のケーシング42は、内部に設置したハニカムフィルタの取替えが、筒状のケーシング41よりも容易である。

次に、本発明のハニカムフィルタの再生処理を行う際に、ハニカムフィルタの貫通孔内に流入させるガスを加熱するための加熱手段を設ける。

上記加熱手段としては特に限定されず、例えば、電気ヒータやバーナー等を挙げることができる。

また、上記加熱手段は、通常、ケーシング内に設置したハニカムフィルタの排気ガス流入側の端面近傍に設ける。

次に、本発明のハニカムフィルタと加熱手段とを内部に設置したケーシングを内燃機関の排気通路に接続する。

具体的には、上記ケーシングの加熱手段が設けられた側の端面をエンジン等の内燃機関に連結された導入管に接続し、他端面を外部へ連結された排出管に接続する。

そして、上記導入管の途中や、ケーシングの排気ガス流入側付近に、ハニカムフィルタの再生処理を行う際に使用するガスを、上記ハニカムフィルタに流入させるためのポンプ等を設ける。

このようなポンプ等を設けることで、ハニカムフィルタの再生処理を行う際に、

上記加熱手段により加熱されたガスを、流入速度 0.3 m/sec 以上、酸素濃度 6% 以上の条件で、上記ハニカムフィルタに流入させることができる。

また、上記ポンプ等設ける代わりに、エンジン等の内燃機関から排出される排気ガスの流入速度、及び、酸素濃度を調整することができる装置等を導入管の途中やケーシングの排気ガス流入側端面近傍に設けてもよい。

5 以上、説明した工程を行うことにより、本発明のハニカムフィルタ、及び、排気ガス浄化装置を確実に製造することができる。

発明を実施するための最良の形態

10 以下に実施例を掲げて本発明を更に詳しく説明するが、本発明はこれら実施例のみに限定されるものではない。

(実施例 1、2 及び比較例 1)

(1) 平均粒径 $5 \mu\text{m}$ の α 型炭化珪素粉末 60 重量%と、平均粒径 $0.5 \mu\text{m}$ の β 型炭化珪素粉末 40 重量%とを湿式混合し、得られた混合物 100 重量部に
15 対して、有機バインダー（メチルセルロース）を 5 重量部、水を 10 重量部加えて混練して原料ペーストを得た。次に、上記原料ペーストに可塑剤と潤滑剤とを少量加えてさらに混練した後、上記原料ペーストと直接接触する細孔の壁面の面粗度 R_a が $100 \mu\text{m}$ 、 $50 \mu\text{m}$ 及び $120 \mu\text{m}$ のダイスを用いて、上記原料ペ
20 ーストの押出成形を行い、長手方向に並設して形成された開口の内壁の面粗度が異なる三種類の生成形体を作製した。

次に、上記生成形体を、マイクロ波乾燥機を用いて乾燥させ、上記生成形体と同様の組成のペーストを所定の貫通孔に充填した後、再び乾燥機を用いて乾燥させた後、 400°C で脱脂し、常圧のアルゴン雰囲気下 2200°C 、3 時間で焼成
25 を行うことにより、図 3 に示したような、その大きさが $34.4 \text{ mm} \times 34.4 \text{ mm} \times 300 \text{ mm}$ で、貫通孔が 144 個、該貫通孔の最長辺の長さ l が 2.39 mm 、長手方向の長さ L が 300 mm 、隔壁の厚さが 0.44 mm の炭化珪素焼結体からなる多孔質セラミック部材を製造した。

(2) 次に、この多孔質セラミック部材を、セラミックファイバー等の無機繊維や炭化珪素等の無機粒子等を含む耐熱性の接着剤を用いて多数結束させ、続いて、ダイヤモンドカッターを用いて切断することにより、図2に示したような直径が165mmでその長さが300mmの円柱形状のセラミックブロックを作製した。

次に、上記セラミックブロックの外周に、上記耐熱性の接着剤を用いてシール材層を形成することで、図2に示したような円柱形状のハニカムフィルタを製造した。

このようにして製造したハニカムフィルタの貫通孔の内壁のJIS B 0601による面粗度Raは100 μ m(実施例1)、50 μ m(実施例2)及び120 μ m(比較例1)であり、L/lは125.5であった。

(実施例3、4及び比較例2)

(1) 実施例1、2及び比較例1の(1)において、多孔質セラミック部材の長手方向の長さLが500mmであるほかは、実施例1、2及び比較例1と同様にして多孔質セラミック部材を製造した。

(2) 実施例1、2及び比較例1の(2)と同様にして貫通孔の内壁の面粗度Raが100 μ m(実施例3)、50 μ m(実施例4)及び120 μ m(比較例2)であり、L/lが209.2であるハニカムフィルタを製造した。

(比較例3～5)

(1) 実施例1、2及び比較例1の(1)において、多孔質セラミック部材の長手方向の長さLが100mmであるほかは、実施例1、2及び比較例1と同様にして多孔質セラミック部材を製造した。

(2) 実施例1、2及び比較例1の(2)と同様にして貫通孔の内壁の面粗度Raが100 μ m(比較例3)、50 μ m(比較例4)及び120 μ m(比較例5)であり、L/lが41.8であるハニカムフィルタを製造した。

(実施例5、6及び比較例6)

(1) 実施例1、2及び比較例1の(1)において、多孔質セラミック部材の大きさが34.42mm×34.42mm×100mmで、貫通孔が324個、

該貫通孔の最長辺の長さ l が1.49mm、長手方向の長さ L が100mmであるほかは、実施例1、2及び比較例1と同様にして多孔質セラミック部材を製造した。

(2) 実施例1、2及び比較例1の(2)と同様にして貫通孔の内壁の面粗度 R_a が100 μ m(実施例5)、50 μ m(実施例6)及び120 μ m(比較例6)であり、 L/l が67.1であるハニカムフィルタを製造した。

(実施例7、8及び比較例7)

(1) 実施例5、6及び比較例6の(1)において、多孔質セラミック部材の長手方向の長さ L が300mmであるほかは、実施例5、6及び比較例7と同様にして多孔質セラミック部材を製造した。

(2) 実施例1、2及び比較例1の(2)と同様にして貫通孔の内壁の面粗度 R_a が100 μ m(実施例7)、50 μ m(実施例8)及び120 μ m(比較例7)であり、 L/l が201.3であるハニカムフィルタを製造した。

(実施例9、10及び比較例8)

(1) 実施例5、6及び比較例6の(1)において、多孔質セラミック部材の長手方向の長さ L が500mmであるほかは、実施例5、6及び比較例7と同様にして多孔質セラミック部材を製造した。

(2) 実施例1、2及び比較例1の(2)と同様にして貫通孔の内壁の面粗度 R_a が100 μ m(実施例9)、50 μ m(実施例10)及び120 μ m(比較例8)であり、 L/l が335.6であるハニカムフィルタを製造した。

(実施例11、12及び比較例9)

(1) 実施例1、2及び比較例1の(1)において、多孔質セラミック部材の大きさが34.43mm \times 34.43mm \times 100mmで、貫通孔が484個、該貫通孔の最長辺の長さ l が1.22mm、長手方向の長さ L が100mmであるほかは、実施例1、2及び比較例1と同様にして多孔質セラミック部材を製造した。

(2) 実施例1、2及び比較例1の(2)と同様にして貫通孔の内壁の面粗度 R_a が100 μ m(実施例11)、50 μ m(実施例12)及び120 μ m(比

較例 9) であり、 L/l が 82.0 であるハニカムフィルタを製造した。

(実施例 13、14 及び比較例 10)

5 (1) 実施例 11、12 及び比較例 9 の (1) において、多孔質セラミック部材の長手方向の長さ L が 300 mm であるほかは、実施例 11、12 及び比較例 9 と同様にして多孔質セラミック部材を製造した。

(2) 実施例 1、2 及び比較例 1 の (2) と同様にして貫通孔の内壁の面粗度 R_a が $100\ \mu\text{m}$ (実施例 13)、 $50\ \mu\text{m}$ (実施例 14) 及び $120\ \mu\text{m}$ (比較例 10) であり、 L/l が 245.9 であるハニカムフィルタを製造した。

(実施例 15、16 及び比較例 11)

10 (1) 実施例 11、12 及び比較例 9 の (1) において、多孔質セラミック部材の長手方向の長さ L が 500 mm であるほかは、実施例 11、12 及び比較例 9 と同様にして多孔質セラミック部材を製造した。

(2) 実施例 1、2 及び比較例 1 の (2) と同様にして貫通孔の内壁の面粗度 R_a が $100\ \mu\text{m}$ (実施例 15)、 $50\ \mu\text{m}$ (実施例 16) 及び $120\ \mu\text{m}$ (比較例 11) であり、 L/l が 409.8 であるハニカムフィルタを製造した。

実施例 1～16 及び比較例 1～11 で製造したハニカムフィルタを、図 4 に示したような排気ガス浄化装置のケーシングに設置し、パティキュレート捕集と再生処理とを繰り返し 100 回行う評価試験を行った後、各ハニカムフィルタを取り出して切断した。各ハニカムフィルタの切断面について、パティキュレートの再生状況を目視により確認し、排気ガス流出側端部近傍 (フィルタ中央付近の流出側から $1/3$ の地点) でのアッシュの蓄積量 (A) と排気ガス流入側端部近傍 (フィルタ中央付近の流入側から $1/3$ の地点) でのアッシュの蓄積量 (B) とのアッシュ蓄積量比 (B/A) を測定した。なお、蓄積量は、アッシュの厚さを測定することにより測定した。なお、パティキュレートが残っていた場合は、電気炉で、燃やした後に測定した。

25 なお、上記再生処理において、ケーシングの排気ガス流入側端部近傍に設けたポンプにより、ハニカムフィルタに空気 (酸素濃度 21%) を流入速度 0.8 m

／secで流入させた。

その結果を、下記表 1 に示す。

表 1

	l (mm)	L (mm)	L/l	S (mm ²)	L/S (mm ⁻¹)	Ra (μm)	触媒 の有無	パティキュレート の有無	アッシュ 蓄積量比
実施例1	2.39	300	125.5	5.71	52.52	100	無	無	0.04
実施例2	2.39	300	125.5	5.71	52.52	50	無	無	0.05
実施例3	2.39	500	209.2	5.71	87.53	100	無	無	0.06
実施例4	2.39	500	209.2	5.71	87.53	50	無	無	0.08
実施例5	1.49	100	67.1	2.22	45.04	100	無	無	0.03
実施例6	1.49	100	67.1	2.22	45.04	50	無	無	0.04
実施例7	1.49	300	201.3	2.22	135.13	100	無	無	0.06
実施例8	1.49	300	201.3	2.22	135.13	50	無	無	0.08
実施例9	1.49	500	335.6	2.22	225.22	100	無	無	0.07
実施例10	1.49	500	335.6	2.22	225.22	50	無	無	0.08
実施例11	1.22	100	82.0	1.49	67.19	100	無	無	0.06
実施例12	1.22	100	82.0	1.49	67.19	50	無	無	0.12
実施例13	1.22	300	245.9	1.49	201.56	100	無	無	0.06
実施例14	1.22	300	245.9	1.49	201.56	50	無	無	0.07
実施例15	1.22	500	409.8	1.49	335.93	100	無	無	0.08
実施例16	1.22	500	409.8	1.49	335.93	50	無	無	0.09
比較例1	2.39	300	125.5	5.71	52.52	120	無	無	0.85
比較例2	2.39	500	209.2	5.71	87.53	120	無	無	0.89
比較例3	2.39	100	41.8	5.71	17.51	100	無	有	0.22
比較例4	2.39	100	41.8	5.71	17.51	50	無	有	0.26
比較例5	2.39	100	41.8	5.71	17.51	120	無	有	0.81
比較例6	1.49	100	67.1	2.22	45.04	120	無	無	0.88
比較例7	1.49	300	201.3	2.22	135.13	120	無	無	0.89
比較例8	1.49	500	335.6	2.22	225.22	120	無	無	0.94
比較例9	1.22	100	82.0	1.49	67.19	120	無	無	0.90
比較例10	1.22	300	245.9	1.49	201.56	120	無	無	0.92
比較例11	1.22	500	409.8	1.49	335.93	120	無	無	0.94

表 1 に示した通り、実施例 1 ～ 16 に係るハニカムフィルタでは、隔壁にパーティキュレートは殆ど堆積しておらず、また、アッシュも、その殆どが隔壁から剥離し、貫通孔の排気ガス流出側へ移動していた。

5 5 なお、図 8 (a) は、上記評価試験後の実施例 1 に係るハニカムフィルタを、多孔質セラミック部材の長手方向に平行な方向に切断した断面を示す断面写真であり、(b) は、実施例 1 に係るハニカムフィルタの排気ガス流入側付近、中央部付近、及び、排気ガス流出側付近を、多孔質セラミック部材の長手方向に垂直な方向に切断した断面を示す部分拡大断面写真である。

10 図 8 (a)、(b) に示したように、実施例 1 に係るハニカムフィルタでは、隔壁にパーティキュレートは殆ど堆積しておらず、貫通孔の排気ガス流出側にアッシュが堆積していることが目視により確認することができた。

実施例 2 ～ 16 に係るハニカムフィルタでも略同様となっていた。

15 一方、比較例 1、2 及び比較例 6 ～ 11 に係るハニカムフィルタでは、隔壁にパーティキュレートは殆ど堆積していなかったが、アッシュは隔壁に略均一に残留していた。また、比較例 3、4 に係るハニカムフィルタでは、隔壁に多くのパーティキュレートが完全に燃焼されず残留していたが、パーティキュレートを燃焼して確認すると、多くのアッシュは隔壁から剥離し、貫通孔の排気ガス流出側へ移動していた。さらに、比較例 5 に係るハニカムフィルタでは、隔壁に多くのパーティ
20 キュレートが燃焼されず残留するとともに、アッシュは隔壁に略均一に残留していた。

25 なお、図 9 (a) は、比較例 1 に係るハニカムフィルタを、多孔質セラミック部材の長手方向に平行な方向に切断した断面を示す断面写真であり、(b) は、(a) に示した断面写真の排気ガス流入側付近、中央部付近、及び、排気ガス流出側付近の拡大断面写真であり、(c) は、比較例 1 に係るハニカムフィルタの排気ガス流入側付近、中央部付近、及び、排気ガス流出側付近を、多孔質セラミック部材の長手方向に垂直な方向に切断した断面を示す部分拡大断面写真である。

図 9 (a) ～ (c) に示したように、比較例 1 に係るハニカムフィルタでは、隔壁にパーティキュレートは殆ど堆積していなかったが、アッシュは隔壁の全面に

略均一な状態で残留していることが目視により確認できた。

また、比較例 2、6～11に係るハニカムフィルタでも略同様となっていた。

表 1 に示した結果より明らかなように、ハニカムフィルタの貫通孔の最長辺の長さ l と、多孔質セラミック部材の長さ L とが、 $60 \leq L/l \leq 500$ の範囲内
5 であり、ハニカムフィルタの貫通孔の面積 S と、多孔質セラミック部材の長さ L とが、 $20 \leq L/S \leq 400$ の範囲内であると、ハニカムフィルタの再生処理により、隔壁に堆積したパーティキュレートを略完全に燃焼除去することができ、さらに、貫通孔の内壁の面粗度 R_a が $R_a \leq 100 \mu m$ であると、隔壁に残留したアッシュが剥がれやすくなり、ハニカムフィルタの再生処理において、貫通孔に
10 流入されるガスにより、上記アッシュを該貫通孔内で容易に移動させることができる。

(実施例 17、18 及び比較例 12)

発明の詳細な開示において説明した方法により、実施例 1 に係るハニカムフィルタを、図 4 に示したような排気ガス浄化装置のケーシングに設置し、排気ガス
15 浄化装置を製造した。この排気ガス浄化装置のケーシングの排気ガス流入側の端部近傍には、ハニカムフィルタの再生処理において、空気（酸素濃度 21%）を任意の流入速度でハニカムフィルタに流入させることができるポンプ、及び、ハニカムフィルタの圧力損失を測定する背圧センサを設けた。

20 なお、上記ハニカムフィルタの再生処理において、ハニカムフィルタに流入させる空気の流入速度を $0.3 m/sec$ （実施例 17）、 $1.0 m/sec$ （実施例 18）及び $0.2 m/sec$ （比較例 12）に設定した。

(実施例 19、20 及び比較例 13)

実施例 2 に係るハニカムフィルタを用いたほかは、実施例 17、18 及び比較
25 例 12 と同様に排気ガス浄化装置を製造した。

なお、上記ハニカムフィルタの再生処理において、ハニカムフィルタに流入させる空気の流入速度を $0.3 m/sec$ （実施例 19）、 $1.0 m/sec$ （実施例 20）及び $0.2 m/sec$ （比較例 13）に設定した。

(比較例 14、15)

比較例 1 に係るハニカムフィルタを用いたほかは、実施例 17、18 及び比較例 12 と同様に排気ガス浄化装置を製造した。

5 なお、上記ハニカムフィルタの再生処理において、ハニカムフィルタに流入させる空気の流入速度を 0.3 m/sec (比較例 14)、 1.0 m/sec (比較例 15) に設定した。

(比較例 16、17)

比較例 3 に係るハニカムフィルタを用いたほかは、実施例 17、18 及び比較例 12 と同様に排気ガス浄化装置を製造した。

10 なお、上記ハニカムフィルタの再生処理において、ハニカムフィルタに流入させる空気の流入速度を 0.3 m/sec (比較例 16)、 1.0 m/sec (比較例 17) に設定した。

(実施例 21～24)

15 上記ハニカムフィルタの再生処理において、ハニカムフィルタに流入させる気体を酸素濃度 6% の酸素-窒素混合ガスにしたほかは、実施例 17～20 と同様にした。

(比較例 18～21)

20 上記ハニカムフィルタの再生処理において、ハニカムフィルタに流入させる気体を酸素濃度 4% の酸素-窒素混合ガスにしたほかは、実施例 17～20 と同様にした。

25 実施例 17～24 及び比較例 12～21 で製造した排気ガス浄化装置をエンジンの排気通路に設置し、パティキュレート捕集と、ハニカムフィルタの再生処理とを 100 回行う評価試験を行い、各再生処理後におけるハニカムフィルタの初期の圧損 (以下、初期圧損という) を測定した。また、評価試験後に、各排気ガス浄化装置で使用したハニカムフィルタを取り出して切断し、排気ガス流出側端部近傍でのアッシュの蓄積量 (A) と排気ガス流入側端部近傍でのアッシュの蓄積量 (B) とのアッシュ蓄積量比 (B/A) を測定した。なお、蓄積量は、ア

ツシュの厚さを測定することにより測定した。

その結果を、下記表 2 及び図 10 に示す。

表 2

	フィルタ	流入ガス酸素濃度(%)	流入速度(m/sec)	アッシュ蓄積量比
実施例17	実施例1	21	0.3	0.08
実施例18	実施例1	21	1.0	0.03
実施例19	実施例2	21	0.3	0.09
5 実施例20	実施例2	21	1.0	0.04
実施例21	実施例1	6	0.3	0.12
実施例22	実施例1	6	1.0	0.10
実施例23	実施例2	6	0.3	0.15
実施例24	実施例2	6	1.0	0.13
比較例12	実施例1	21	0.2	0.79
10 比較例13	実施例2	21	0.2	0.75
比較例14	比較例1	21	0.3	0.85
比較例15	比較例1	21	1.0	0.75
比較例16	比較例3	21	0.3	0.55
比較例17	比較例3	21	1.0	0.45
比較例18	実施例1	4	0.3	0.32
15 比較例19	実施例1	4	1.0	0.41
比較例20	実施例2	4	0.3	0.45
比較例21	実施例2	4	1.0	0.51

表2に示した通り、実施例17～24に係る排気ガス浄化装置のハニカムフィルタでは、アッシュは、貫通孔の排気ガス流入側及び中央部の隔壁には殆ど残留しておらず、貫通孔の排気ガス流出側に蓄積していた。

一方、比較例12～15に係る排気ガス浄化装置のハニカムフィルタでは、アッシュが隔壁に略均一な状態で残留していた。

また、図10は上記評価試験において、実施例17及び比較例12に係るハニカムフィルタの再生処理を行った回数と、再生処理後におけるハニカムフィルタの初期圧損との関係とを示したグラフである。

図10に示したように、実施例17に係るハニカムフィルタでは、1回目の再生処理後の初期圧損は4kPaであり、再生処理を繰り返す毎に初期圧損は緩や

かな二次曲線状に高くなっていき、100回目の再生処理後の初期圧損は9 kPaであり、初期圧損が低い状態を長時間確保することができるものであった。

なお、実施例18～24に係るハニカムフィルタの再生処理の回数と、初期圧損との関係も実施例17と略同様であった。

- 5 従って、実施例17～24に係る排気ガス浄化装置では、上記評価試験の後でも、ハニカムフィルタの濾過可能領域が広く確保されており、再生処理後のハニカムフィルタの初期圧損も余り高くなり、上記評価試験の後に連続して使用することができた。

- 10 また、比較例12に係るハニカムフィルタでは、1回目の再生処理後の初期圧損は4 kPaであったが、再生処理を繰り返す毎に初期圧損は比較的急な直線状で高くなっていき、100回目の再生処理後の初期圧損は16 kPaであり、初期圧損はすぐに高くなってしまうものであった。

なお、比較例13～15に係るハニカムフィルタの再生処理の回数と、初期圧損との関係も比較例12と略同様であった。

- 15 従って、比較例12～15に係る排気ガス浄化装置では、上記評価試験の後で、ハニカムフィルタの隔壁にアッシュによる目詰まりが発生しており、ハニカムフィルタの初期圧損が高くなってしまい、上記評価試験後に、水洗等によるハニカムフィルタの洗浄処理を施す必要があり、連続して使用することができなかった。

- 20 また、比較例16、17に係る排気ガス浄化装置のハニカムフィルタでは、アッシュの一部が貫通孔の排気ガス流出側に蓄積されていたが、貫通孔の排気ガス流入側及び中央部の隔壁に多くのパーティキュレートとともにアッシュが残留しており、再生処理後の初期の圧損がすぐに高くなり、実施例17～20に係る排気ガス浄化装置よりも頻繁にパーティキュレートの再生処理を行う必要があった。また、この比較例16、17に係る排気ガス浄化装置では、評価試験後に水洗等によるハニカムフィルタの洗浄処理を施す必要はなかったが、実施例17～24に係る排気ガス浄化装置よりも短期間で上記洗浄処理を施す必要があった。

25 また、比較例18～21に係る排気ガス浄化装置のハニカムフィルタでは、パーティキュレートが燃え残り、アッシュの蓄積量も高かった。

表2に示した結果より明らかなように、本発明のハニカムフィルタを用いた排気ガス浄化装置のハニカムフィルタの再生処理において、ハニカムフィルタに流入させるガスの流入速度を 0.3 m/sec 以上とすることで、隔壁に残留したアッシュを貫通孔の排気ガス流出側へ移動させることができ、隔壁の濾過可能領域を広く確保することができ、長期間にわたって連続して使用することができる。

また、例えハニカムフィルタの再生処理において、ハニカムフィルタに流入させるガスの流入速度を 0.3 m/sec 以上とした場合であっても、本発明のハニカムフィルタを用いないと、隔壁に残留したアッシュを貫通孔の排気ガス流出側へ移動させることができず、長期間にわたって連続して使用することができない。

また、ハニカムフィルタに流入させるガスの酸素濃度が低いと、パティキュレートが燃え残り、アッシュの蓄積量も高かった。

(実施例25、26及び参考例1)

(1) 平均粒径 $5\text{ }\mu\text{m}$ の α 型炭化珪素粉末60重量%と、平均粒径 $0.5\text{ }\mu\text{m}$ の β 型炭化珪素粉末40重量%とを湿式混合し、得られた混合物100重量部に対して、有機バインダー（メチルセルロース）5重量部、水10重量部を加えて混練して原料ペーストを得た。次に、上記原料ペーストに可塑剤と潤滑剤とを少量加えてさらに混練した後、上記原料ペーストと直接接触する細孔の壁面の面粗度 R_a が $0.1\text{ }\mu\text{m}$ のダイスを用いて、上記原料ペーストの押出成形を行い、多数の貫通孔が壁部を隔てて長手方向に並設された生成形体を作製した。

次に、上記生成形体を、マイクロ波乾燥機を用いて乾燥させた後、上記生成形体と同様の組成のペーストを所定の貫通孔に充填し、再び乾燥機を用いて乾燥させた。

次いで、上記生成形体の全ての貫通孔にアルゴンガスが流入速度 15 m/sec （実施例25）、 12 m/sec （実施例26）又は 5 m/sec （参考例1）で流入するようにして、 400°C で脱脂を行い、 2200°C で3時間焼成を行った。その結果、図3に示したような、その大きさが $34.4\text{ mm} \times 34.4\text{ mm}$

m×300mmで、貫通孔が144個、該貫通孔の最長辺の長さlが2.39mm、長手方向に垂直な断面における該貫通孔の面積Sが5.71mm²、長手方向の長さLが300mm、隔壁の厚さが0.44mmの炭化珪素焼結体からなる多孔質セラミック部材を製造した。

- 5 (2) 次に、この多孔質セラミック部材を、セラミックファイバー等の無機繊維や炭化珪素等の無機粒子等を含む耐熱性の接着剤を用いて多数結束させ、続いて、ダイヤモンドカッターを用いて切断することにより、図2に示したような直径が165mmでその長さが300mmの円柱形状のセラミックブロックを作製した。

- 10 次に、上記セラミックブロックの外周に、上記耐熱性の接着剤を用いてシール材層を形成することで、図2に示したような円柱形状のハニカムフィルタを製造した。

こうして製造されたハニカムフィルタの貫通孔の内壁のJIS B 0601
よる面粗度Raは10μm（実施例25）、1μm（実施例26）及び0.5μ
15 m（参考例1）であり、L/lは125.5、L/Sは21.97であった。

（実施例27、28及び比較例22）

- (1) 平均粒径5μmのα型炭化珪素粉末60重量%と、平均粒径0.5μm
のβ型炭化珪素粉末40重量%とを湿式混合し、得られた混合物100重量部に
対して、有機バインダー（メチルセルロース）を5重量部、水を10重量部加え
20 て混練して原料ペーストを得た。次に、上記原料ペーストに可塑剤と潤滑剤とを
少量加えてさらに混練した後、上記原料ペーストと直接接触する細孔の壁面の面
粗度Raが100μm、50μm及び120μmのダイスを用いて、上記原料ペ
ーストの押出成形を行い、長手方向に並設して形成された開口の内壁の面粗度が
異なる三種類の生成形体を作製した。

- 25 次に、上記生成形体を、マイクロ波乾燥機を用いて乾燥させ、上記生成形体と
同様の組成のペーストを所定の貫通孔に充填した後、再び乾燥機を用いて乾燥さ
せた後、400℃で脱脂し、常圧のアルゴン雰囲気下2200℃、3時間で焼成
を行うことにより、図3に示したような、その大きさが34.4mm×34.4

mm×300mmで、貫通孔が144個、該貫通孔の最長辺の長さlが2.39mm、長手方向の長さLが300mm、隔壁の厚さが0.44mmの炭化珪素焼結体からなる多孔質セラミック部材を製造した。

更に、上記多孔質セラミック部材をフッ化水素酸（濃度0.1%）中に5分間浸漬し、表面を改質した。

(2) $Al(NO_3)_3$ を1,3-ブタンジオール中に投入し、60℃で5時間攪拌することにより $Al(NO_3)_3$ を30重量%含有する1,3-ブタンジオール溶液を作製した。この1,3-ブタンジオール溶液中に上記多孔質セラミック部材を浸漬した後、150℃で2時間、400℃で2時間加熱し、更に80℃の水に2時間浸漬した後、700℃で8時間加熱して多孔質セラミック部材の表面にアルミナ層を形成した。

$Ce(NO_3)_3$ をエチレングリコール中に投入し、90℃で5時間攪拌することにより $Ce(NO_3)_3$ を6重量%含有するエチレングリコール溶液を作製した。このエチレングリコール溶液中に上記多孔質セラミック部材を浸漬した後、150℃で2時間、窒素雰囲気中で650℃で2時間加熱して、多孔質セラミック部材の表面に触媒を担持させるための希土類酸化物含有アルミナ層を形成した。

白金濃度4.53重量%のジニトロジアンミン白金硝酸（ $[Pt(NH_3)_2(NO_2)_2]HNO_3$ ）を蒸留水で希釈し、吸水量28.0g/Lの上記多孔質セラミック部材にPtが2g/Lとなるように浸漬した後、110℃で2時間、窒素雰囲気中で500℃で1時間加熱して、多孔質セラミック部材の表面に白金触媒を担持させた。

(3) 次に、この多孔質セラミック部材を、セラミックファイバー等の無機繊維や炭化珪素等の無機粒子等を含む耐熱性の接着剤を用いて多数結束させ、続いて、ダイヤモンドカッターを用いて切断することにより、図2に示したような直径が165mmでその長さが300mmの円柱形状のセラミックブロックを作製した。

次に、上記セラミックブロックの外周に、上記耐熱性の接着剤を用いてシール材層を形成することで、図2に示したような円柱形状のハニカムフィルタを製造

した。

このようにして製造したハニカムフィルタの貫通孔の内壁のJIS B 0601による面粗度Raは $100\mu\text{m}$ （実施例27）、 $50\mu\text{m}$ （実施例28）及び $120\mu\text{m}$ （比較例22）であり、 L/l は125.5であった。

5

（実施例29、30及び参考例2）

（1）平均粒径 $5\mu\text{m}$ の α 型炭化珪素粉末60重量%と、平均粒径 $0.5\mu\text{m}$ の β 型炭化珪素粉末40重量%とを湿式混合し、得られた混合物100重量部に対して、有機バインダー（メチルセルロース）5重量部、水10重量部を加えて混練して原料ペーストを得た。次に、上記原料ペーストに可塑剤と潤滑剤とを少量加えてさらに混練した後、上記原料ペーストと直接接触する細孔の壁面の面粗度Raが $0.1\mu\text{m}$ のダイスを用いて、上記原料ペーストの押出成形を行い、多数の貫通孔が壁部を隔てて長手方向に並設された生成形体を作製した。

次に、上記生成形体を、マイクロ波乾燥機を用いて乾燥させた後、上記生成形体と同様の組成のペーストを所定の貫通孔に充填し、再び乾燥機を用いて乾燥させた。

次いで、上記生成形体の全ての貫通孔にアルゴンガスが流入速度 15m/sec （実施例29）、 12m/sec （実施例30）又は 5m/sec （参考例2）で流入するようにして、 400°C で脱脂を行った。

続いて、上記生成形体の全ての貫通孔に水素ガスが流入速度 15m/sec （実施例29）、 12m/sec （実施例30）又は 5m/sec （参考例2）で流入するようにして、 2200°C で3時間焼成を行った。

その結果、図3に示したような、その大きさが $34.4\text{mm} \times 34.4\text{mm} \times 300\text{mm}$ で、貫通孔が144個、該貫通孔の最長辺の長さ l が 2.39mm 、長手方向に垂直な断面における該貫通孔の面積 S が 5.71mm^2 、長手方向の長さ L が 300mm 、隔壁の厚さが 0.44mm の炭化珪素焼結体からなる多孔質セラミック部材を製造した。

更に、上記多孔質セラミック部材をフッ化水素酸（濃度0.1%）中に5分間

浸漬し、表面を改質した。

(2) $\text{Al}(\text{NO}_3)_3$ を 1, 3-ブタンジオール中に投入し、 60°C で 5 時間攪拌することにより $\text{Al}(\text{NO}_3)_3$ を 30 重量%含有する 1, 3-ブタンジオール溶液を作製した。この 1, 3-ブタンジオール溶液中に上記多孔質セラミックス部材を浸漬した後、 150°C で 2 時間、 400°C で 2 時間加熱し、更に 80°C の水に 2 時間浸漬した後、 700°C で 8 時間加熱して多孔質セラミック部材の表面にアルミナ層を形成した。

$\text{Ce}(\text{NO}_3)_3$ をエチレングリコール中に投入し、 90°C で 5 時間攪拌することにより $\text{Ce}(\text{NO}_3)_3$ を 6 重量%含有するエチレングリコール溶液を作製した。このエチレングリコール溶液中に上記多孔質セラミック部材を浸漬した後、 150°C で 2 時間、窒素雰囲気中で 650°C で 2 時間加熱して、多孔質セラミック部材の表面に触媒を担持させるための希土類酸化物含有アルミナ層を形成した。

白金濃度 4.53 重量%のジニトロジアンミン白金硝酸 ($[\text{Pt}(\text{NH}_3)_2(\text{NO}_2)_2]\text{HNO}_3$) を蒸留水で希釈し、吸水量 28.0 g/L の上記多孔質セラミック部材に Pt が 2 g/L となるように浸漬した後、 110°C で 2 時間、窒素雰囲気中で 500°C で 1 時間加熱して、多孔質セラミック部材の表面に白金触媒を担持させた。

(3) 実施例 25、26 及び参考例 1 の (2) と同様にして円柱形状のハニカムフィルタを製造した。

こうして製造されたハニカムフィルタの貫通孔の内壁の JIS B 0601 による面粗度 R_a は $10\text{ }\mu\text{m}$ (実施例 29)、 $1\text{ }\mu\text{m}$ (実施例 30) 及び $0.5\text{ }\mu\text{m}$ (参考例 2) であり、 L/l は 125.5、 L/S は 21.97 であった。

(実施例 31～72、参考例 3～16 及び比較例 23～50)

多孔質セラミック部材を製造する際に、表 3～6 に示したように、貫通孔の数と貫通孔 1 個あたりの大きさを調整することにより、貫通孔の最長辺の長さ l 、及び、長手方向に垂直な断面における該貫通孔の面積 S を調整するとともに、長手方向の長さ L を調整したこと以外は、実施例 1、2、25～30、比較例 1 及び参考例 1、2 と同様にして円柱形状のハニカムフィルタを製造した。

実施例 25～72、参考例 1～16 及び比較例 22～50 で製造したハニカムフィルタを、図 4 に示したような排気ガス浄化装置のケーシングに設置し、パティキュレートの捕集と再生処理とを繰り返し 100 回行う評価試験を行った後、

5 各ハニカムフィルタを取り出して切断した。各ハニカムフィルタの切断面について、パティキュレートの再生状況を目視により確認し、排気ガス流出側端部近傍でのアッシュの蓄積量 (A) と排気ガス流入側端部近傍でのアッシュの蓄積量 (B) とのアッシュ蓄積量比 (B/A) を測定した。なお、蓄積量は、アッシュの厚さを測定することにより測定した。

10 なお、上記再生処理において、ケーシングの排気ガス流入側端部近傍に設けたポンプにより、ハニカムフィルタに空気 (酸素濃度 21%) を流入速度 0.8 m / s e c で流入させた。

結果を表 3～6 に示した。

15

20

25

表 3

	l (mm)	L (mm)	L/l	S (mm ²)	L/S (mm ⁻¹)	Ra (μm)	触媒 の有無	パティキュレート の有無	アッシュ 蓄積量比
実施例25	2.39	300	125.5	5.71	52.52	10	無	無	0.05
実施例26	2.39	300	125.5	5.71	52.52	1	無	無	0.12
実施例27	2.39	300	125.5	5.71	52.52	100	有	無	0.04
実施例28	2.39	300	125.5	5.71	52.52	50	有	無	0.04
実施例29	2.39	300	125.5	5.71	52.52	10	有	無	0.04
実施例30	2.39	300	125.5	5.71	52.52	1	有	無	0.10
実施例31	2.39	500	209.2	5.71	87.53	10	無	無	0.06
実施例32	2.39	500	209.2	5.71	87.53	1	無	無	0.10
実施例33	2.39	500	209.2	5.71	87.53	100	有	無	0.05
実施例34	2.39	500	209.2	5.71	87.53	50	有	無	0.07
実施例35	2.39	500	209.2	5.71	87.53	10	有	無	0.05
実施例36	2.39	500	209.2	5.71	87.53	1	有	無	0.09
実施例37	1.49	100	67.1	2.22	45.04	10	無	無	0.07
実施例38	1.49	100	67.1	2.22	45.04	1	無	無	0.15
実施例39	1.49	100	67.1	2.22	45.04	100	有	無	0.02
実施例40	1.49	100	67.1	2.22	45.04	50	有	無	0.03
実施例41	1.49	100	67.1	2.22	45.04	10	有	無	0.06
実施例42	1.49	100	67.1	2.22	45.04	1	有	無	0.13
実施例43	1.49	300	201.3	2.22	135.13	10	無	無	0.06
実施例44	1.49	300	201.3	2.22	135.13	1	無	無	0.10
実施例45	1.49	300	201.3	2.22	135.13	100	有	無	0.05
実施例46	1.49	300	201.3	2.22	135.13	50	有	無	0.07
実施例47	1.49	300	201.3	2.22	135.13	10	有	無	0.05
実施例48	1.49	300	201.3	2.22	135.13	1	有	無	0.09

表 4

	l (mm)	L (mm)	L/l	S (mm ²)	L/S (mm ⁻¹)	Ra (μm)	触媒 の有無	パティキュレート の有無	アッシュ 蓄積量比
実施例49	1.49	500	335.6	2.22	225.22	10	無	無	0.07
実施例50	1.49	500	335.6	2.22	225.22	1	無	無	0.11
実施例51	1.49	500	335.6	2.22	225.22	100	有	無	0.05
実施例52	1.49	500	335.6	2.22	225.22	50	有	無	0.07
実施例53	1.49	500	335.6	2.22	225.22	10	有	無	0.05
実施例54	1.49	500	335.6	2.22	225.22	1	有	無	0.10
実施例55	1.22	100	82.0	1.49	67.19	10	無	無	0.12
実施例56	1.22	100	82.0	1.49	67.19	1	無	無	0.24
実施例57	1.22	100	82.0	1.49	67.19	100	有	無	0.05
実施例58	1.22	100	82.0	1.49	67.19	50	有	無	0.10
実施例59	1.22	100	82.0	1.49	67.19	10	有	無	0.11
実施例60	1.22	100	82.0	1.49	67.19	1	有	無	0.22
実施例61	1.22	300	245.9	1.49	201.56	10	無	無	0.07
実施例62	1.22	300	245.9	1.49	201.56	1	無	無	0.09
実施例63	1.22	300	245.9	1.49	201.56	100	有	無	0.05
実施例64	1.22	300	245.9	1.49	201.56	50	有	無	0.05
実施例65	1.22	300	245.9	1.49	201.56	10	有	無	0.06
実施例66	1.22	300	245.9	1.49	201.56	1	有	無	0.08
実施例67	1.22	500	409.8	1.49	335.93	10	無	無	0.09
実施例68	1.22	500	409.8	1.49	335.93	1	無	無	0.13
実施例69	1.22	500	409.8	1.49	335.93	100	有	無	0.06
実施例70	1.22	500	409.8	1.49	335.93	50	有	無	0.08
実施例71	1.22	500	409.8	1.49	335.93	10	有	無	0.08
実施例72	1.22	500	409.8	1.49	335.93	1	有	無	0.10

表 5

	l (mm)	L (mm)	L/l	S (mm ²)	L/S (mm ⁻¹)	Ra (μm)	触媒 の有無	パーティキュレート の有無	アッシュ 蓄積量比
参考例1	2.39	300	125.5	5.71	52.52	0.5	無	無	0.20
参考例2	2.39	300	125.5	5.71	52.52	0.5	有	無	0.18
参考例3	2.39	500	209.2	5.71	87.53	0.5	無	無	0.15
参考例4	2.39	500	209.2	5.71	87.53	0.5	有	無	0.12
参考例5	1.49	100	67.1	2.22	45.04	0.5	無	無	0.25
参考例6	1.49	100	67.1	2.22	45.04	0.5	有	無	0.23
参考例7	1.49	300	201.3	2.22	135.13	0.5	無	無	0.15
参考例8	1.49	300	201.3	2.22	135.13	0.5	有	無	0.12
参考例9	1.49	500	335.6	2.22	225.22	0.5	無	無	0.17
参考例10	1.49	500	335.6	2.22	225.22	0.5	有	無	0.15
参考例11	1.22	100	82.0	1.49	67.19	0.5	無	無	0.28
参考例12	1.22	100	82.0	1.49	67.19	0.5	有	無	0.26
参考例13	1.22	300	245.9	1.49	201.56	0.5	無	無	0.15
参考例14	1.22	300	245.9	1.49	201.56	0.5	有	無	0.14
参考例15	1.22	500	409.8	1.49	335.93	0.5	無	無	0.20
参考例16	1.22	500	409.8	1.49	335.93	0.5	有	無	0.17

表 6

	l (mm)	L (mm)	L/l	S (mm ²)	L/S (mm ⁻¹)	Ra (μm)	触媒 の有無	パーティキュレート の有無	アッシュ 蓄積量比
5	比較例22	2.39	300	125.5	52.52	120	有	無	0.82
	比較例23	2.39	500	209.2	87.53	120	有	無	0.85
	比較例24	2.39	100	41.8	17.51	10	無	有	0.25
	比較例25	2.39	100	41.8	17.51	1	無	有	0.30
	比較例26	2.39	100	41.8	17.51	0.5	無	有	0.34
10	比較例27	2.39	100	41.8	17.51	120	有	有	0.75
	比較例28	2.39	100	41.8	17.51	100	有	有	0.20
	比較例29	2.39	100	41.8	17.51	50	有	有	0.24
	比較例30	2.39	100	41.8	17.51	10	有	有	0.23
	比較例31	2.39	100	41.8	17.51	1	有	有	0.28
15	比較例32	2.39	100	41.8	17.51	0.5	有	有	0.30
	比較例33	2.39	1200	502.1	210.08	120	無	有	0.96
	比較例34	2.39	1200	502.1	210.08	100	無	有	0.42
	比較例35	2.39	1200	502.1	210.08	50	無	有	0.43
	比較例36	2.39	1200	502.1	210.08	10	無	有	0.48
20	比較例37	2.39	1200	502.1	210.08	1	無	有	0.49
	比較例38	2.39	1200	502.1	210.08	0.5	無	有	0.52
	比較例39	2.39	1200	502.1	210.08	120	有	有	0.93
	比較例40	2.39	1200	502.1	210.08	100	有	有	0.40
	比較例41	2.39	1200	502.1	210.08	50	有	有	0.41
25	比較例42	2.39	1200	502.1	210.08	10	有	有	0.45
	比較例43	2.39	1200	502.1	210.08	1	有	有	0.46
	比較例44	2.39	1200	502.1	210.08	0.5	有	有	0.50
	比較例45	1.49	100	67.1	45.04	120	有	無	0.85
	比較例46	1.49	300	201.3	135.13	120	有	無	0.85
25	比較例47	1.49	500	335.6	225.22	120	有	無	0.89
	比較例48	1.22	100	82.0	67.19	120	有	無	0.87
	比較例49	1.22	300	245.9	201.56	120	有	無	0.90
	比較例50	1.22	500	409.8	335.93	120	有	無	0.85

表 3、4 に示した通り、実施例 25 ～ 72 に係るハニカムフィルタでは、隔壁にパティキュレートは殆ど堆積しておらず、また、アッシュも、その殆どが隔壁から剥離し、貫通孔の排気ガス流出側へ移動していた。

一方、表 5 に示した通り、参考例 1 ～ 16 に係るハニカムフィルタでは、隔壁にパティキュレートは殆ど堆積していなかったが、アッシュは貫通孔の排気ガス流入側の隔壁に残留していた。

また、表 6 に示した通り、比較例 24 ～ 44 に係るハニカムフィルタでは、隔壁に多くのパティキュレートが完全に燃焼されず残留していたり、アッシュが貫通孔の排気ガス流入側の隔壁に残留していた。

10 表 3 ～ 6 に示した結果より明らかなように、ハニカムフィルタの貫通孔の最長辺の長さ l と、多孔質セラミック部材の長さ L とが、 $60 \leq L/l \leq 500$ の範囲内であり、ハニカムフィルタの貫通孔の面積 S と、多孔質セラミック部材の長さ L とが、 $20 \leq L/S \leq 400$ の範囲内であると、ハニカムフィルタの再生処理により、隔壁に堆積したパティキュレートを略完全に燃焼除去することができ、

15 さらに、貫通孔の内壁の面粗度 R_a が $1 \sim 10 \mu m$ であると、隔壁に残留したアッシュが剥がれやすくなり、ハニカムフィルタの再生処理において、貫通孔に流入されるガスにより、上記アッシュを該貫通孔内で容易に移動させることができる。

20 (実施例 73 ～ 88、参考例 17 ～ 20 及び比較例 51 ～ 66)

発明の詳細な開示において説明した方法により、実施例 25、26、29、30、参考例 1、2 及び比較例 25、31 に係るハニカムフィルタを、図 4 に示したような排気ガス浄化装置のケーシングに設置し、排気ガス浄化装置を製造した。この排気ガス浄化装置のケーシングの排気ガス流入側の端部近傍には、ハニカム

25 フィルタの再生処理において、空気（酸素濃度 21%）、酸素濃度 6% の酸素一窒素混合ガス、又は、酸素濃度 4% の酸素一窒素混合ガスを、任意の流入速度でハニカムフィルタに流入させることができるポンプ、及び、ハニカムフィルタの圧力損失を測定する背圧センサを設けた。

なお、表 7 に示したように、上記ハニカムフィルタの再生処理において、空気（酸素濃度 21%）、酸素濃度 6% の酸素-窒素混合ガス、又は、酸素濃度 4% の酸素-窒素混合ガスをハニカムフィルタに流入させ、その流入速度を 0.3 m/sec、1.0 m/sec 又は 0.2 m/sec に設定した。

5

実施例 73~88、参考例 17~20 及び比較例 51~66 で製造した排気ガス浄化装置をエンジンの排気通路に設置し、パティキュレート捕集と、ハニカムフィルタの再生処理とを 100 回行う評価試験を行い、各再生処理後におけるハニカムフィルタの初期の圧損を測定した。また、評価試験後に、各排気ガス浄化装置で使用したハニカムフィルタを取り出して切断し、排気ガス流出側端部近傍でのアッシュの蓄積量 (A) と排気ガス流入側端部近傍でのアッシュの蓄積量 (B) とのアッシュ蓄積量比 (B/A) を測定した。なお、蓄積量は、アッシュの厚さを測定することにより測定した。

10

結果を表 7 に示した。

15

20

25

表 7

表 7

	フィルタ	流入ガス酸素濃度(%)	流入速度(m/sec)	アッシュ蓄積量比
実施例73	実施例25	21	0.3	0.10
実施例74	実施例25	21	1.0	0.04
実施例75	実施例26	21	0.3	0.18
実施例76	実施例26	21	1.0	0.10
実施例77	実施例29	21	0.3	0.09
実施例78	実施例29	21	1.0	0.03
実施例79	実施例30	21	0.3	0.15
実施例80	実施例30	21	1.0	0.09
実施例81	実施例25	6	0.3	0.13
実施例82	実施例25	6	1.0	0.08
実施例83	実施例26	6	0.3	0.23
実施例84	実施例26	6	1.0	0.18
実施例85	実施例29	6	0.3	0.13
実施例86	実施例29	6	1.0	0.06
実施例87	実施例30	6	0.3	0.20
実施例88	実施例30	6	1.0	0.18
参考例17	参考例1	21	0.3	0.28
参考例18	参考例1	21	1.0	0.19
参考例19	参考例2	21	0.3	0.25
参考例20	参考例2	21	1.0	0.18
比較例51	実施例25	21	0.2	0.77
比較例52	実施例26	21	0.2	0.79
比較例53	実施例29	21	0.2	0.74
比較例54	実施例30	21	0.2	0.76
比較例55	比較例25	21	0.3	0.35
比較例56	比較例25	21	1.0	0.28
比較例57	比較例31	21	0.3	0.33
比較例58	比較例31	21	1.0	0.27
比較例59	実施例25	4	0.3	0.38
比較例60	実施例25	4	1.0	0.42
比較例61	実施例26	4	0.3	0.48
比較例62	実施例26	4	1.0	0.52
比較例63	実施例29	4	0.3	0.35
比較例64	実施例29	4	1.0	0.40
比較例65	実施例30	4	0.3	0.45
比較例66	実施例30	4	1.0	0.50

表 7 に示した通り、実施例 7 3 ～ 8 8 に係る排気ガス浄化装置のハニカムフィルタでは、アッシュは、貫通孔の排気ガス流入側及び中央部の隔壁には殆ど残留しておらず、貫通孔の排気ガス流出側に蓄積していた。また、実施例 7 3 ～ 8 8 に係るハニカムフィルタの再生処理の回数と、初期圧損との関係は、実施例 1 7
5 と略同様であり、図 1 0 に示したように、再生処理を繰り返す毎に初期圧損は緩やかな二次曲線状に高くなっていき、初期圧損が低い状態を長時間確保することができるものであった。

従って、実施例 7 3 ～ 8 8 に係る排気ガス浄化装置では、上記評価試験の後でも、ハニカムフィルタの濾過可能領域が広く確保されており、再生処理後のハニ
10 カムフィルタの初期圧損も余り高くなり、上記評価試験の後に連続して使用することができた。

一方、参考例 1 7 ～ 2 0 に係る排気ガス浄化装置のハニカムフィルタでは、アッシュが貫通孔の排気ガス流入側の隔壁に残留していた。また、参考例 1 7 ～ 2 0 に係るハニカムフィルタの再生処理の回数と、初期圧損との関係は、比較例 1
15 2 と略同様であり、図 1 0 に示したように、再生処理を繰り返す毎に初期圧損は比較的急な直線状で高くなっていき、初期圧損はすぐに高くなってしまいうものであった。

従って、参考例 1 7 ～ 2 0 に係る排気ガス浄化装置では、上記評価試験の後で、ハニカムフィルタの隔壁にアッシュによる目詰まりが発生しており、ハニカムフ
20 ィルタの初期圧損が高くなってしまい、上記評価試験後に、水洗等によるハニカムフィルタの洗浄処理を施す必要があり、連続して使用することができなかった。

比較例 5 1 ～ 6 6 に係る排気ガス浄化装置のハニカムフィルタでは、アッシュの一部が貫通孔の排気ガス流出側に蓄積されていたが、貫通孔の排気ガス流入側及び中央部の隔壁に多くのパーティキュレートとともにアッシュが残留しており、
25 再生処理後の初期の圧損がすぐに高くなり、実施例 7 3 ～ 8 8 に係る排気ガス浄化装置よりも頻繁にパーティキュレートの再生処理を行う必要があった。また、比較例 5 1 ～ 6 6 に係る排気ガス浄化装置では、評価試験後に水洗等によるハニカムフィルタの洗浄処理を施す必要はなかったが、実施例 7 3 ～ 8 8 に係る排気ガ

ス浄化装置よりも短期間で上記洗浄処理を施す必要があった。

表7に示した結果より明らかなように、本発明のハニカムフィルタを用いた排気ガス浄化装置のハニカムフィルタの再生処理において、ハニカムフィルタに流入させるガスの流入速度を 0.3 m/sec 以上とすることで、隔壁に残留したアッシュを貫通孔の排気ガス流出側へ移動させることができ、隔壁の濾過可能領域を広く確保することができ、長期間にわたって連続して使用することができる。

また、例えハニカムフィルタの再生処理において、ハニカムフィルタに流入させるガスの流入速度を 0.3 m/sec 以上とした場合であっても、本発明のハニカムフィルタを用いないと、隔壁に残留したアッシュを貫通孔の排気ガス流出側へ移動させることができず、長期間にわたって連続して使用することができない。

また、ハニカムフィルタに流入させるガスの酸素濃度が低いと、パティキュレートが燃え残り、アッシュの蓄積量も高かった。

15 産業上の利用可能性

第一及び第二の本発明の排気ガス浄化用ハニカムフィルタは、上述の通りであるので、ハニカムフィルタの再生処理において、壁部に堆積したパティキュレートを略完全に燃焼除去することができ、また、壁部に残留したアッシュが剥がれやすいため、当該アッシュを貫通孔内で容易に移動させることができる。

20 また、本発明の排気ガス浄化装置は、上述した通りであるので、ハニカムフィルタのパティキュレートの捕集と再生処理とを繰り返し行っても、壁部の濾過可能領域を広く確保することができ、再生処理後のハニカムフィルタの初期の圧損が高くなりにくく、長期間にわたって連続して使用することができる。

請求の範囲

1. 多数の貫通孔が壁部を隔てて長手方向に並設された、多孔質セラミックからなる柱状体の前記貫通孔を隔てる壁部の一部又は全部が粒子捕集用フィルタとして機能するように構成された排気ガス浄化用ハニカムフィルタであって、

前記貫通孔の前記長手方向に垂直な断面の最長辺の長さ l (mm) と、前記柱状体の長手方向の長さ L (mm) とが、 $60 \leq L/l \leq 500$ であり、かつ、

前記貫通孔の内壁の J I S B 0601 による面粗度 R_a が、 $R_a \leq 100 \mu m$ であることを特徴とする排気ガス浄化用ハニカムフィルタ。

10

2. 多数の貫通孔が壁部を隔てて長手方向に並設された、多孔質セラミックからなる柱状体の前記貫通孔を隔てる壁部の一部又は全部が粒子捕集用フィルタとして機能するように構成された排気ガス浄化用ハニカムフィルタであって、

前記貫通孔の前記長手方向に垂直な断面の面積 S (mm²) と、前記柱状体の長手方向の長さ L (mm) とが、 $20 \leq L/S \leq 400$ であり、かつ、

前記貫通孔の内壁の J I S B 0601 による面粗度 R_a が、 $R_a \leq 100 \mu m$ であることを特徴とする排気ガス浄化用ハニカムフィルタ。

3. 貫通孔の内壁の J I S B 0601 による面粗度 R_a が、 $1.0 \mu m \leq R_a \leq 100 \mu m$ である請求の範囲第1又は2項記載の排気ガス浄化用ハニカムフィルタ。

20

4. 柱状体は、複数の貫通孔が隔壁を隔てて長手方向に並設された角柱形状の多孔質セラミック部材が接着剤層を介して複数個結束されて構成されている請求の範囲第1、2又は3項記載の排気ガス浄化用ハニカムフィルタ。

25

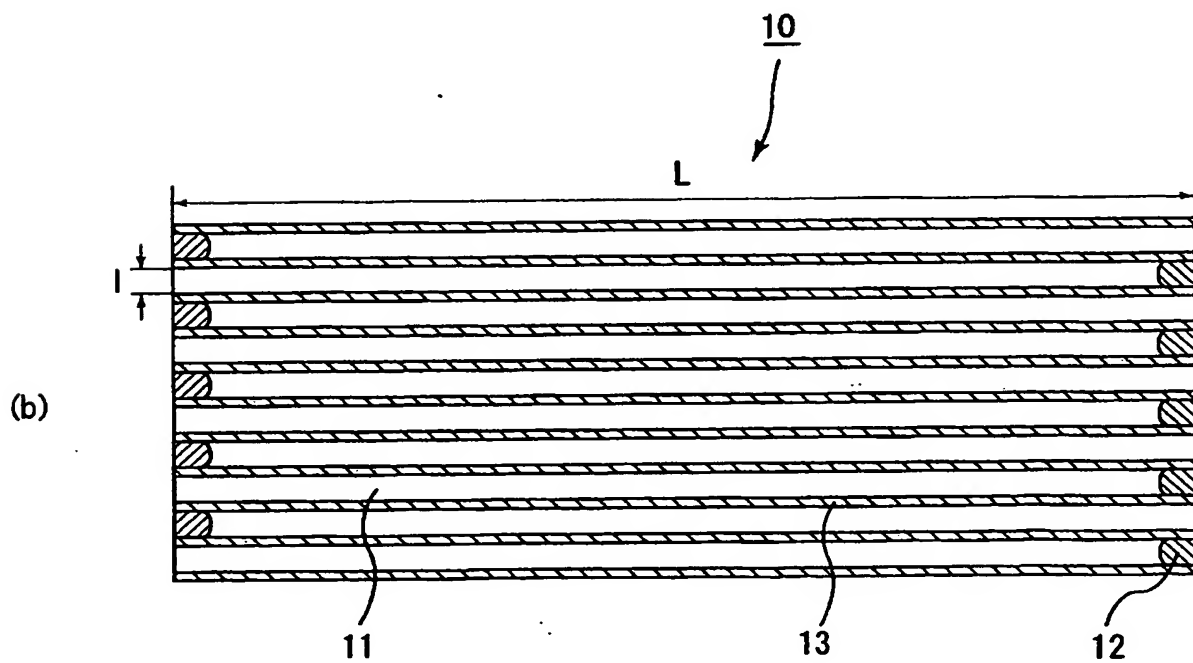
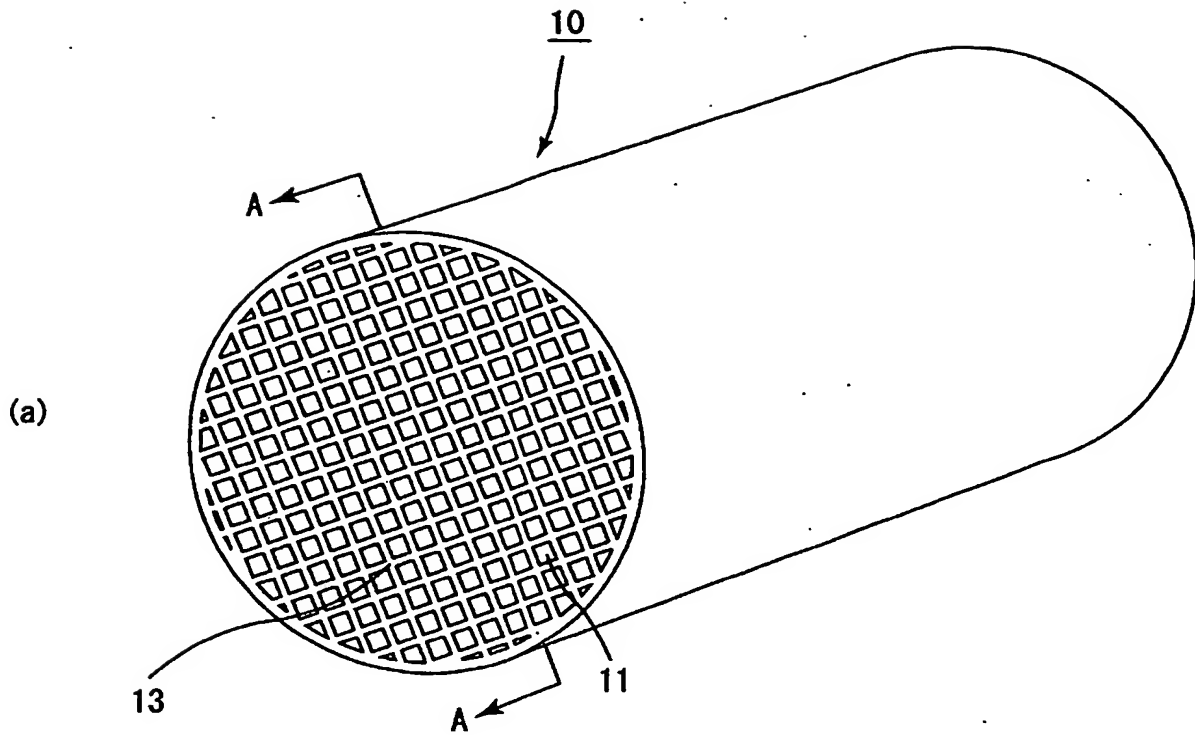
5. 触媒が担持されていることを特徴とする請求の範囲第1、2、3又は4項記載の排気ガス浄化用ハニカムフィルタ。

6. 内燃機関の排気通路に接続するケーシング内に加熱手段とともに請求の範囲第1、2、3、4又は5項記載の排気ガス浄化用ハニカムフィルタが設置された排気ガス浄化装置であって、

- 5 前記排気ガス浄化用ハニカムフィルタの再生処理を行う際に、前記加熱手段により加熱されたガスを、流入速度 0.3 m/sec 以上、酸素濃度 6% 以上の条件で前記排気ガス浄化用ハニカムフィルタに流入させることを特徴とする排気ガス浄化装置。

1/10

図1



BEST AVAILABLE COPY

図2

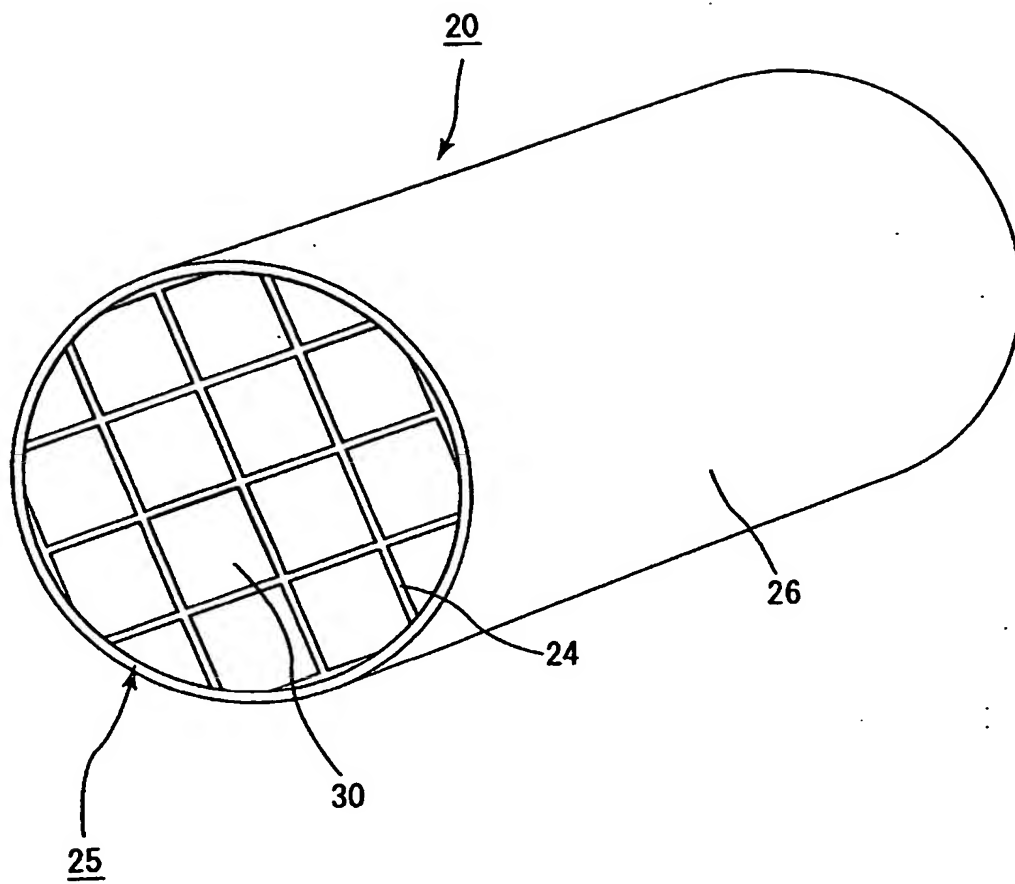
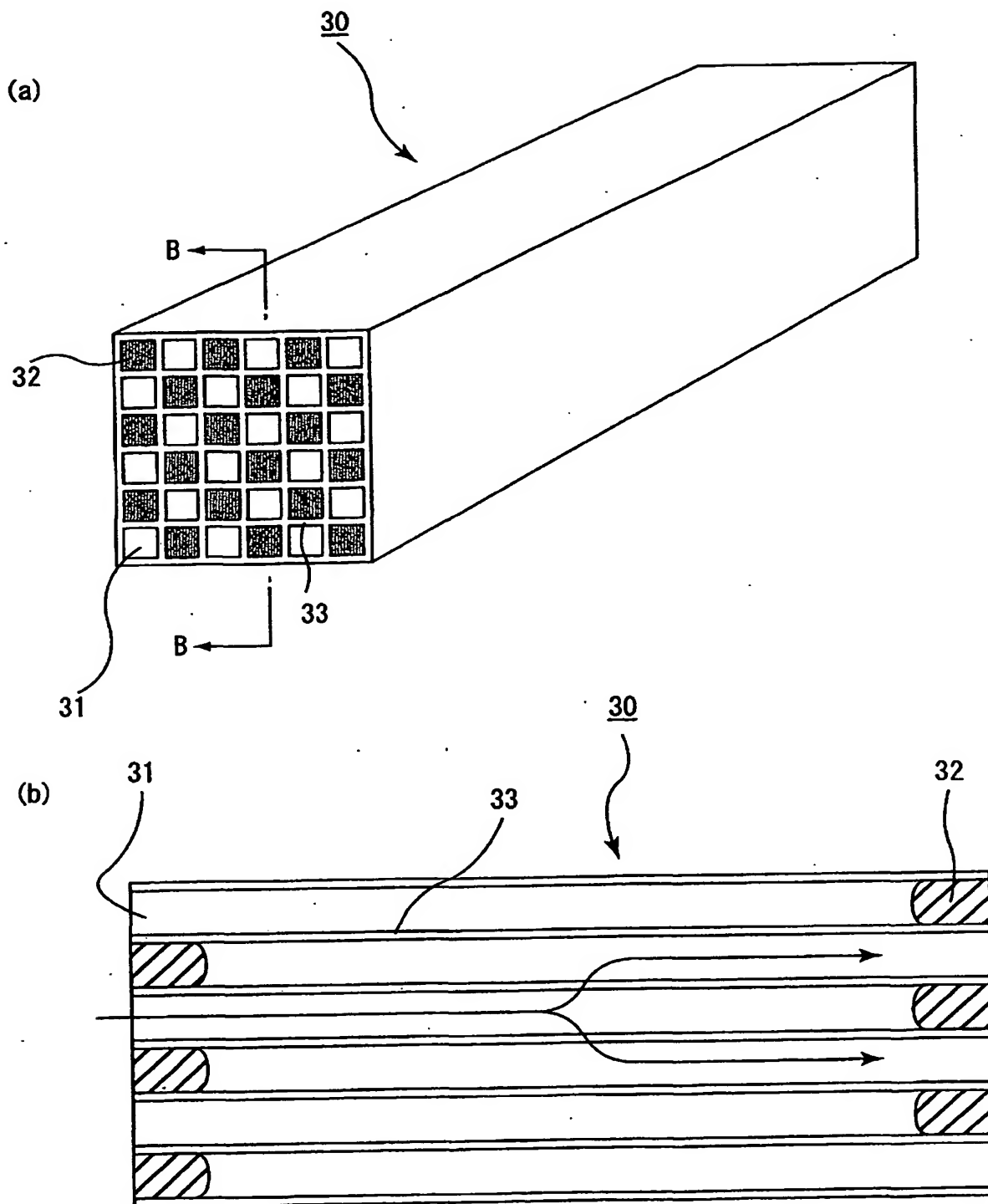


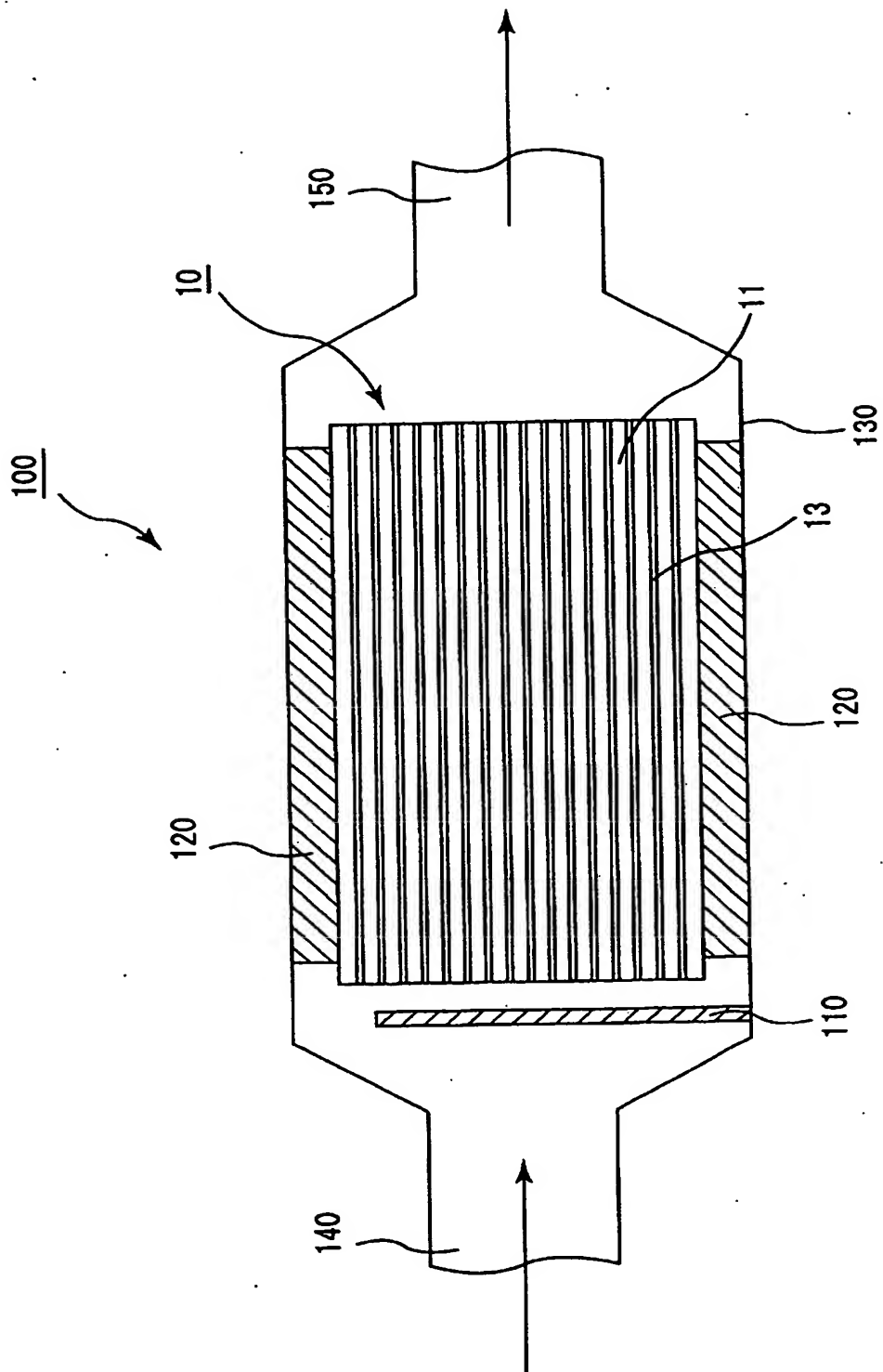
図3



B-B線断面図

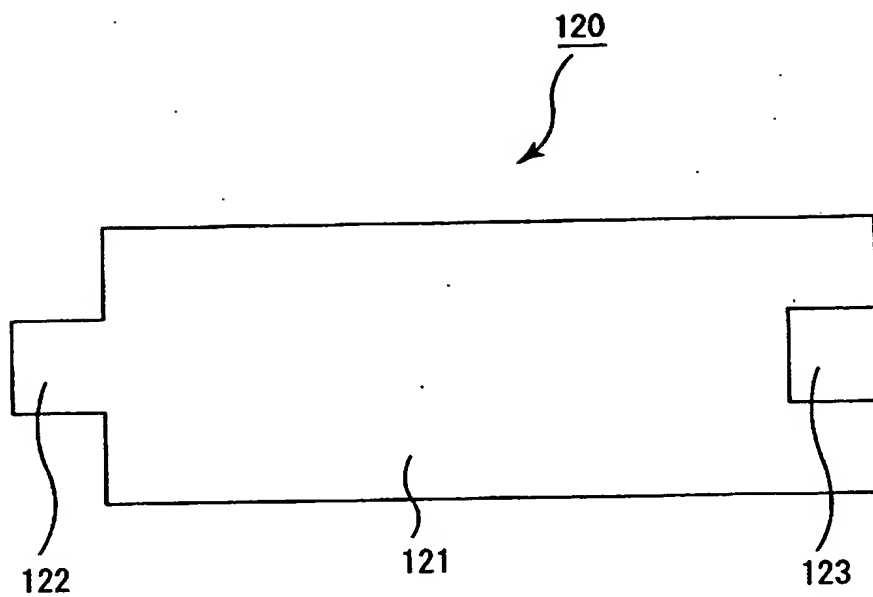
4/10

4



5/10

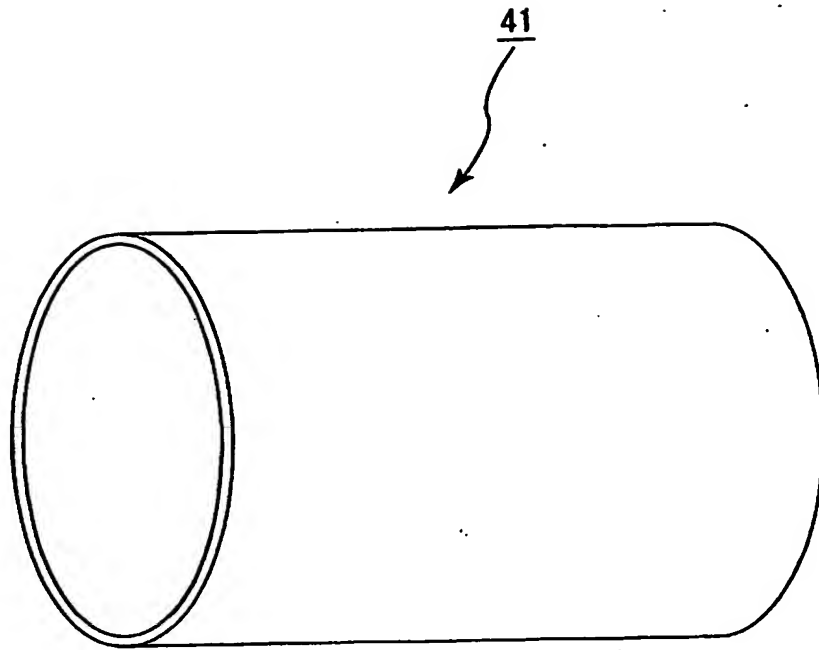
図5



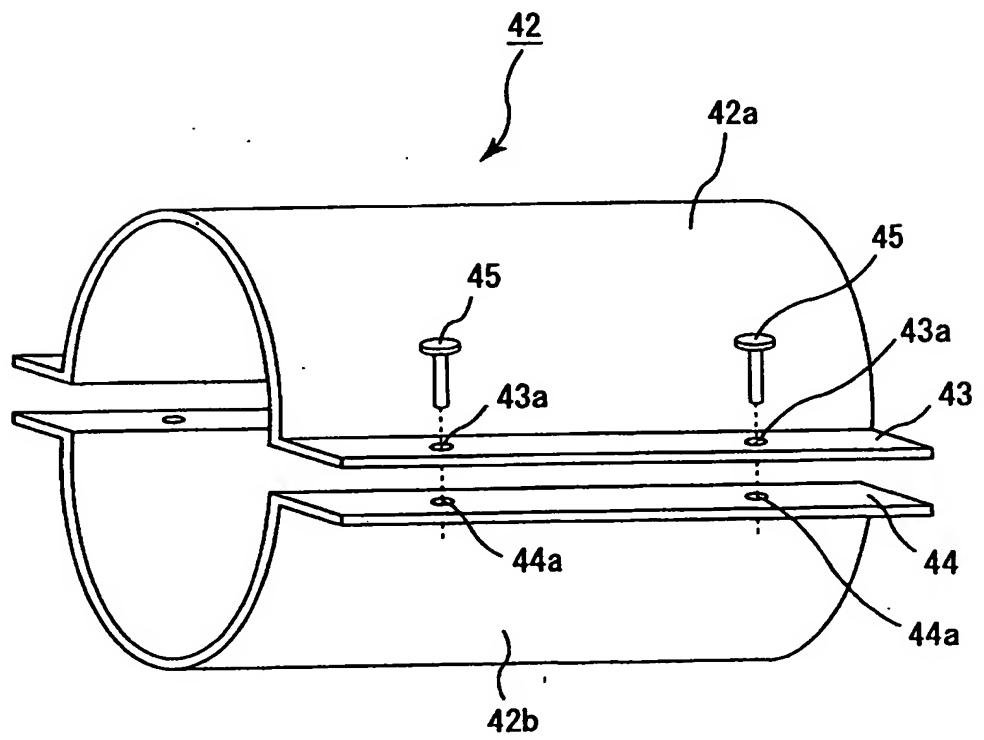
6/10

図6

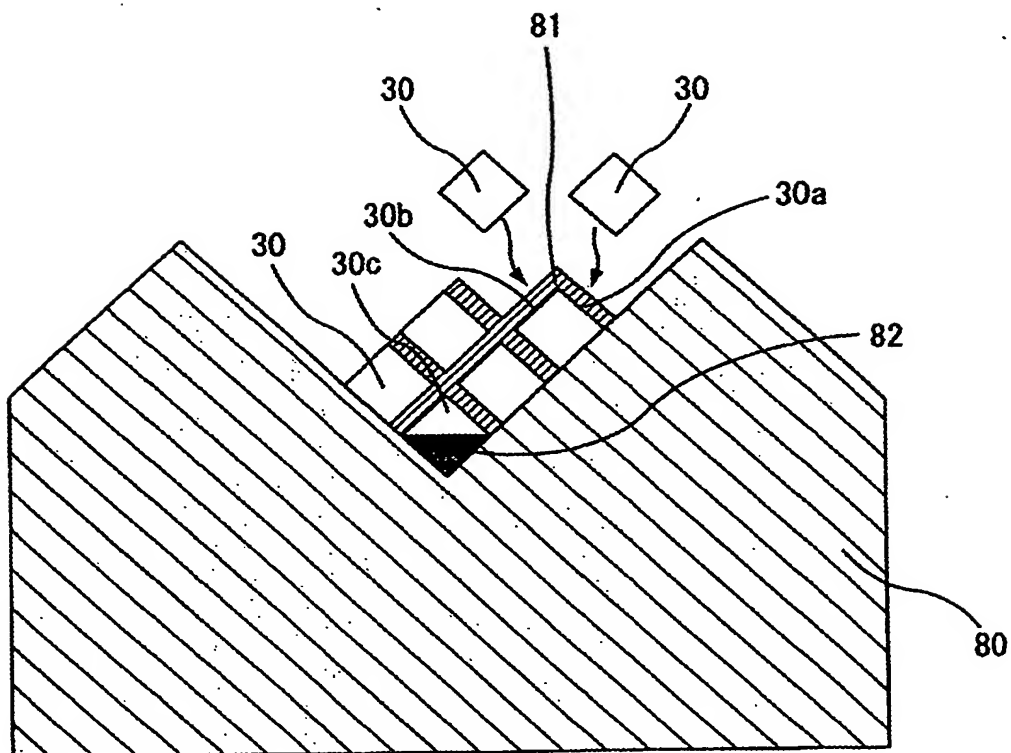
(a)



(b)



7



BEST AVAILABLE COPY

8/10

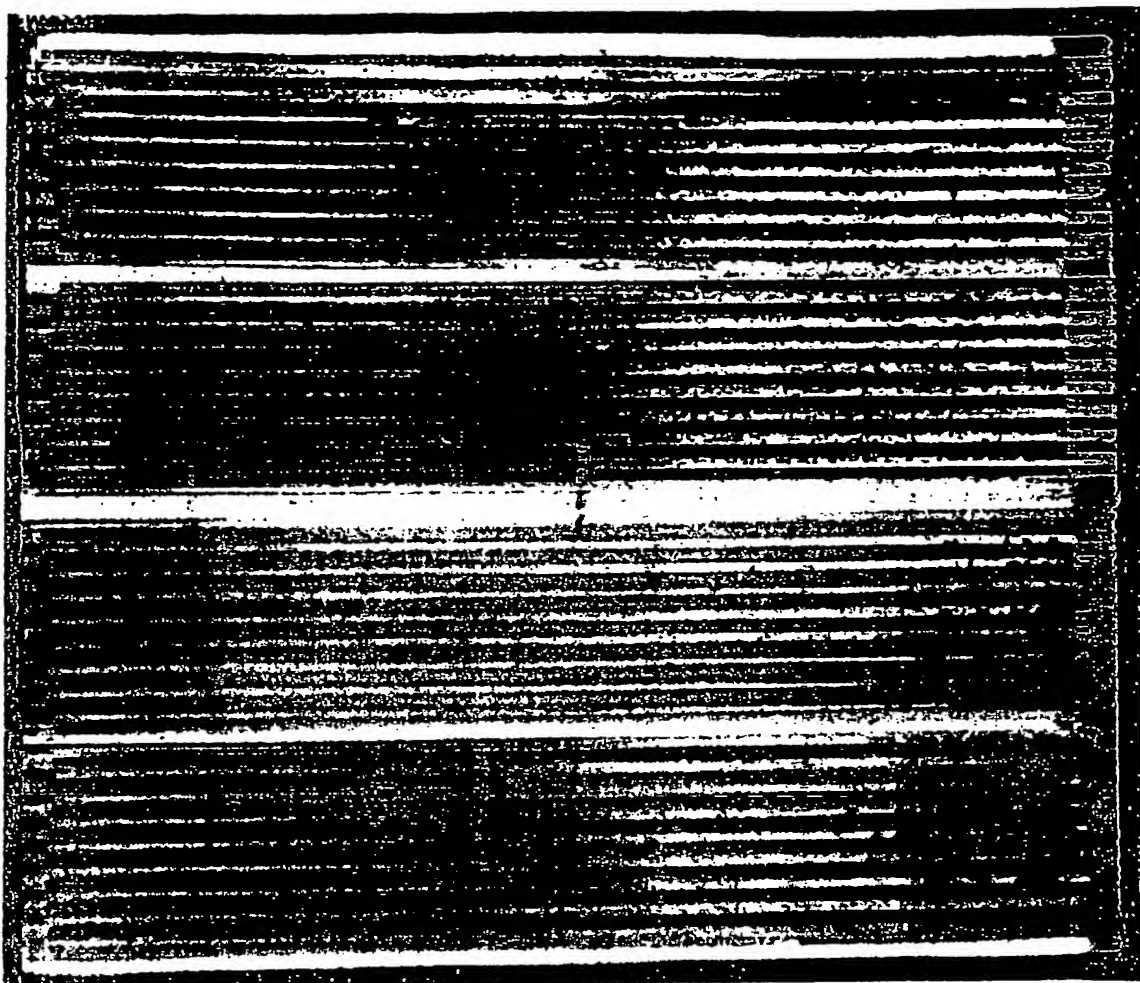
図8

(a)

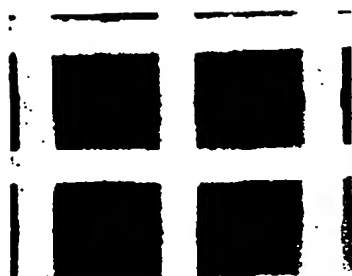
Inlet

Middle

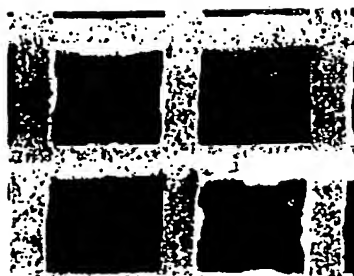
Outlet



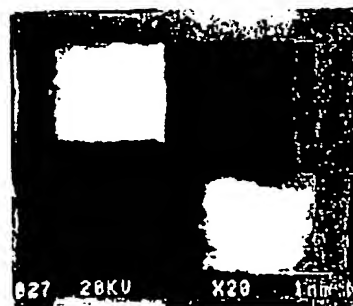
(b)



Inlet



Middle

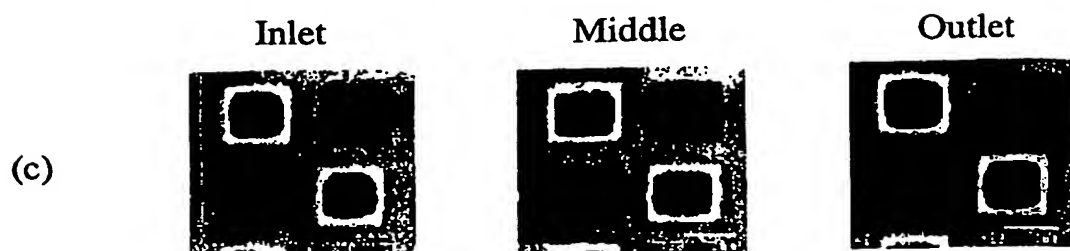
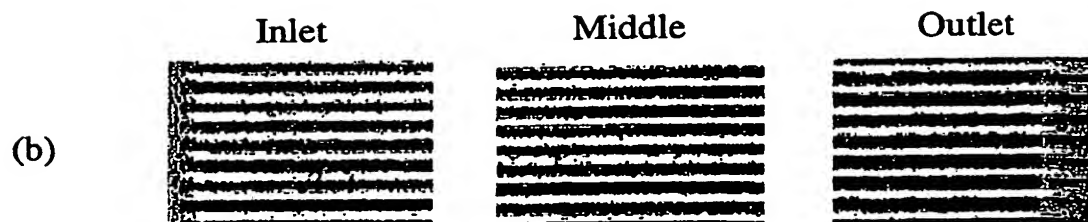
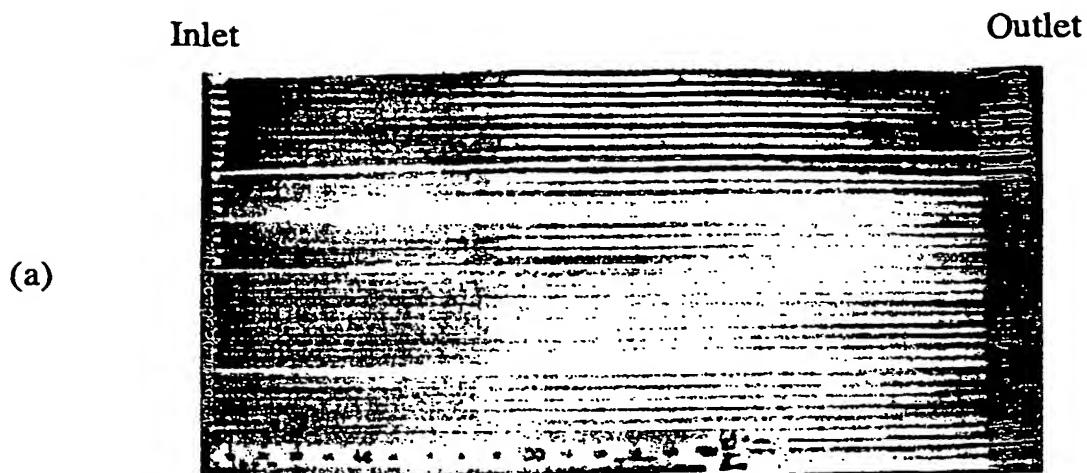


Outlet

BEST AVAILABLE COPY

差替え用紙(規則26)

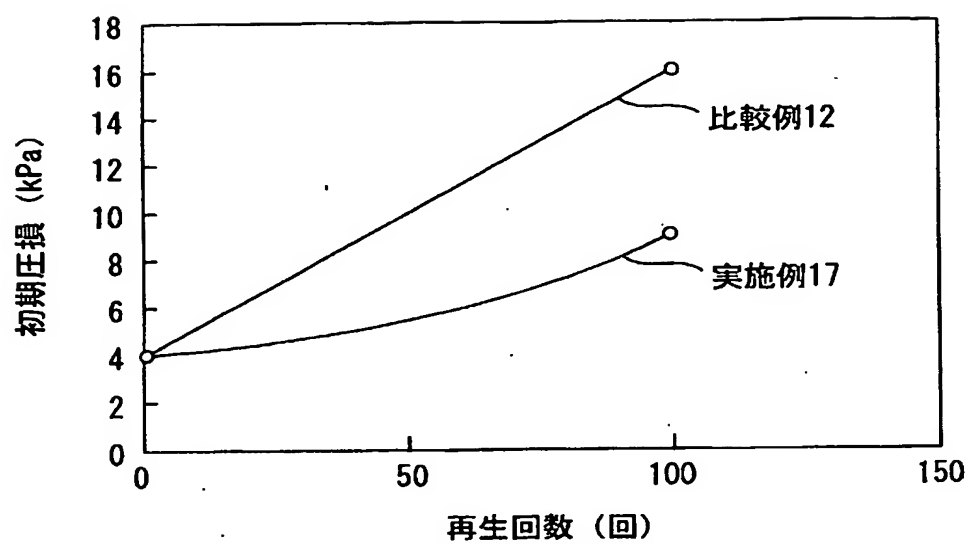
図9



BEST AVAILABLE COPY

10/10

図10



INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.
PCT/JP03/02519

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER

Int.Cl⁷ F01N3/02

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)

Int.Cl⁷ F01N3/02, B01D46/00

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Jitsuyo Shinan Koho	1922-1996	Jitsuyo Shinan Toroku Koho	1996-2003
Kokai Jitsuyo Shinan Koho	1971-2003	Toroku Jitsuyo Shinan Koho	1994-2003

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used)

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
Y	JP 8-28248 A (Ibiden Co., Ltd.), 30 January, 1996 (30.01.96), Par. No. [0030]; Fig. 2 (Family: none)	1-6
Y	JP 5-302507 A (Nippondenso Co., Ltd.), 16 November, 1993 (16.11.93), Par. No. [0031]; Fig. 5 (Family: none)	1-6
Y	JP 2001-286725 A (Meidensha Corp.), 16 October, 2001 (16.10.01), Fig. 5 (Family: none)	1-6

☒ Further documents are listed in the continuation of Box C.

☐ See patent family annex.

* Special categories of cited documents:

"A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance

"E" earlier document but published on or after the international filing date

"L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)

"O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means

"P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed

"T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention

"X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone

"Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art

"&" document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search
11 June, 2003 (11.06.03)

Date of mailing of the international search report
24 June, 2003 (24.06.03)

Name and mailing address of the ISA/
Japanese Patent Office

Authorized officer

Facsimile No.

Telephone No.

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP03/02519

C (Continuation). DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
Y	JP 2-146212 A (Nippondenso Co., Ltd.), 05 June, 1990 (05.06.90), Tables (Family: none)	1-6
Y	JP 6-193431 A (Kabushiki Kaisha Hakubunsha), 12 July, 1994 (12.07.94), Par. Nos. [0017], [0021] (Family: none)	1-6
Y	EP 0990777 A (Ibiden Co., Ltd.), 05 April, 2000 (05.04.00), Figs. 13, 15 & JP 2000-167329 A	6

A. 発明の属する分野の分類 (国際特許分類 (IPC))

Int. Cl. F01N 3/02

B. 調査を行った分野

調査を行った最小限資料 (国際特許分類 (IPC))

Int. Cl. F01N 3/02, B01D 46/00

最小限資料以外の資料で調査を行った分野に含まれるもの

日本国実用新案公報 1922-1996年

日本国公開実用新案公報 1971-2003年

日本国実用新案登録公報 1996-2003年

日本国登録実用新案公報 1994-2003年

国際調査で使用した電子データベース (データベースの名称、調査に使用した用語)

C. 関連すると認められる文献

引用文献の カテゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求の範囲の番号
Y	JP 8-28248 A (イビデン株式会社), 1996. 0 1. 30, 段落0030, 図2 (ファミリーなし)	1-6
Y	JP 5-302507 A (日本電装株式会社), 1993. 1 1. 16, 段落0031, 図5 (ファミリーなし)	1-6
Y	JP 2001-286725 A (株式会社明電舎), 200 1. 10. 16, 図5 (ファミリーなし)	1-6

☒ C欄の続きにも文献が列挙されている。☐ パテントファミリーに関する別紙を参照。

* 引用文献のカテゴリー

「A」特に関連のある文献ではなく、一般的技術水準を示すもの

「E」国際出願日前の出願または特許であるが、国際出願日以後に公表されたもの

「L」優先権主張に疑義を提起する文献又は他の文献の発行日若しくは他の特別な理由を確立するために引用する文献 (理由を付す)

「O」口頭による開示、使用、展示等に言及する文献

「P」国際出願日前で、かつ優先権の主張の基礎となる出願

の日の後に公表された文献

「T」国際出願日又は優先日後に公表された文献であって出願と矛盾するものではなく、発明の原理又は理論の理解のために引用するもの

「X」特に関連のある文献であって、当該文献のみで発明の新規性又は進歩性がないと考えられるもの

「Y」特に関連のある文献であって、当該文献と他の1以上の文献との、当業者にとって自明である組合せによって進歩性がないと考えられるもの

「&」同一パテントファミリー文献

国際調査を完了した日

11.06.03

国際調査報告の発送日 24.06.03

国際調査機関の名称及びあて先

日本国特許庁 (ISA/JP)

郵便番号100-8915

東京都千代田区霞が関三丁目4番3号

特許庁審査官 (権限のある職員)

亀田 貴志



3T

9719

電話番号 03-3581-1101 内線 3355

C (続き) . 関連すると認められる文献		
引用文献の カテゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求の範囲の番号
Y	JP 2-146212 A (日本電装株式会社), 1990. 0 6. 05, 表 (ファミリーなし)	1-6
Y	JP 6-193431 A (株式会社博文社), 1994. 0 7. 12, 段落0017, 0021 (ファミリーなし)	1-6
Y	EP 0990777 A (IBIDEN CO, LTD.), 2000. 0 4. 05, 図13, 図15 & JP 2000-167329 A	6